UNIVERSITÉ D'ALGER
FACULTÉ MIXTE DE MÉDECINE ET DE PHARMACIE D'ALGER

ANNÉE 1915 — N° 2

ÉTUDE COMPARATIVE

DES

DIVERS PROCÉDÉS EN USAGE

POUR

DOSER LE BEURRE DANS LE LAIT

THÈSE

POUR

LE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ D'ALGER
(Mention Pharmacie)

Présentée et soutenue publiquement le 12 Juillet 1915

PAR

Mlle ROSE ROLLAND
Pharmacien de 1re Classe (Alger, 1911)
Lauréate de l'Ecole de Médecine et de Pharmacie d'Alger

MEMBRES DU JURY :

MM. MALOSSE, Th., Professeur de Chimie médicale et Toxicologie. — *Président.*
CRESPIN, Professeur d'Hygiène et Médecine légale.
DUFOUR, Professeur de Physique médicale. — *Juges.*
MALOSSE, H., Chargé des fonctions d'agrégé de Chimie.

ALGER
IMPRIMERIE MODERNE, J. HOMAR
2, BOULEVARD LAFERRIÈRE

1915

UNIVERSITÉ D'ALGER
FACULTÉ MIXTE DE MÉDECINE ET DE PHARMACIE D'ALGER

ANNÉE 1915 — N° 2

ÉTUDE COMPARATIVE

DES

DIVERS PROCÉDÉS EN USAGE

POUR

DOSER LE BEURRE DANS LE LAIT

THÈSE

POUR

LE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ D'ALGER

(Mention Pharmacie)

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

Présentée et soutenue publiquement le 12 Juillet 1915

PAR

Mlle ROSE ROLLAND

Pharmacien de 1re Classe (Alger, 1911)
Lauréate de l'Ecole de Médecine et de Pharmacie d'Alger

MEMBRES DU JURY :

MM. MALOSSE, Th., Professeur de Chimie médicale et Toxicologie. — *Président.*
CRESPIN, Professeur d'Hygiène et Médecine légale.
DUFOUR, Professeur de Physique médicale. — *Juges.*
MALOSSE, H., Chargé des fonctions d'agrégé de Chimie.

ALGER
IMPRIMERIE MODERNE, J. HOMAR
2, BOULEVARD LAFERRIÈRE

1915

UNIVERSITÉ D'ALGER

FACULTÉ MIXTE DE MÉDECINE ET DE PHARMACIE

DOYEN..... MM. CURTILLET (✲, I. ⓘ).
ASSESSEUR..... TRABUT (✲, I. ⓘ, O. ✲).

PROFESSEURS

Anatomie	MM.	WEBER (I. ⓘ).
Anatomie pathologique		POUJOL (I. ⓘ).
Physiologie		REY (✲, I. ⓘ).
Clinique médicale		ARDIN-DELTEIL (I. ⓘ).
Clinique chirurgicale		VINCENT (I. ⓘ).
Clinique des maladies des pays chauds et des maladies syphilitiques et cutanées		BRAULT (✲, I. ⓘ).
Clinique chirurgicale infantile et d'orthopédie		CURTILLET (✲, I. ⓘ).
Clinique obstétricale		ROUVIER (✲, I. ⓘ).
Clinique ophtalmologique		CANGE (✲, A. ⓘ).
Chimie médicale et toxicologie		MALOSSE (I. ⓘ, ⚷)
Pharmacie		BATTANDIER (I. ⓘ).
Matière médicale et thérapeutique		HÉRAIL (I. ⓘ).
Histoire naturelle médicale, parasitologie		TRABUT (✲, I. ⓘ, O. ✲).
Pathologie générale, microbiologie.		SOULIÉ (I. ⓘ).
Hygiène et médecine légale		CRESPIN (I. ⓘ).
Histologie		ARGAUD (I. ⓘ).
Physique médicale		DUFOUR (I. ⓘ).

CHARGÉ DE COURS, PROFESSEUR ADJOINT

Chimie biologique..... M. SAMBUC (I. ⓘ).

AGRÉGÉS EN EXERCICE

Médecine générale	MM.	GILLOT (I. ⓘ).
Physiologie		BATTEZ.

CHARGÉS DES FONCTIONS D'AGRÉGÉ

Chaires d'anatomie et de physiologie	MM.	LEBLANC (A. ⓘ).
Chaires de pathologie et de clinique externe et de clinique obstétricale.		E. CABANÈS (A. ⓘ). FUSTER.
Chaires de chimie et de physique...		MALOSSE (A. ⓘ).
Chaires de pharmacie et de matière médicale		MUSSO.
Section de médecine générale		RAYNAUD.
Section de chirurgie		LOMBARD.
Section de parasitologie et sciences naturelles appliquées à la médecine		NÈGRE.

NOTA — La Faculté n'entend donner aucune approbation ni improbation aux opinions émises dans les thèses ; ces opinions doivent être considérées comme propres à leurs auteurs.

A MES PARENTS

A MES MAITRES DE LA FACULTÉ MIXTE

DE MÉDECINE

ET DE PHARMACIE DE L'UNIVERSITÉ D'ALGER

A MES AMIES

AVANT-PROPOS

Atteignant le point final de mes études pharmaceutiques, avant de prononcer l'adieu d'usage, qu'il me soit permis d'exprimer ici toute ma gratitude aux professeurs de la Faculté de Médecine d'Alger, qui, à mon entrée aux Ecoles, m'accueillirent avec tant de bienveillance.

J'étais en Algérie la première femme étudiante en pharmacie, et je me souviens que mon émotion et ma crainte étaient grandes ; M. le Professeur Th. Malosse doit peut-être se le rappeler ; je n'oublierai jamais son geste encourageant et paternel qui me donna la force d'être un peu moins enfant.

Avec un infini plaisir, je reverrai souvent, par la pensée, les heures si intéressantes des cours faits à l'Ecole de Pharmacie, pour me reporter à cette époque de ma vie, où, très enthousiaste, j'allais à la conquête d'un diplôme ardemment désiré.

Mes très sympathiques remerciements vont à M. Wunscherdoff, chef des laboratoires de physique et de chimie, qui a bien voulu m'inspirer le sujet de ma thèse et me guider dans mes travaux, lesquels, sans lui, m'eûssent grandement effrayée ; qu'il soit assuré de ma sincère amitié et de ma bonne camaraderie.

M. le Professeur Th. Malosse eût encore, à cette occa-

sion, la bonté de m'éclairer de ses précieux conseils ; il m'est très agréable de lui adresser, une fois de plus, l'expression de ma respectueuse reconnaissance.

..... Un souvenir ému aux camarades d'autrefois, en particulier MM. Ros et Lorca, mes compagnons de travaux pratiques de chimie ; et surtout, à l'adresse de M. Lorca, mes félicitations affectueuses, pour les beaux exploits qu'il accomplit sur le front, comme aviateur, depuis le début des hostilités.

Enfin, un dernier regard — les choses ont une âme peut-être..., aux différents laboratoires, où, pendant trois années, très fière, je l'avoue d'être étudiante, et remplie d'illusions au sujet de l'émancipation féminine, j'ai voulu suivre mes camarades sur le chemin de la Science et du Travail.

INTRODUCTION

De tous les produits naturels qui intéressent la médecine et l'hygiène, il n'en est certes aucun qui occupe une place aussi grande que le lait ; le rôle important qu'il joue dans l'alimentation publique et dans la nourriture du jeune âge, ses propriétés, ses origines diverses, ont été l'objet de nombreux travaux et de savantes publications.

Par sa composition chimique, le lait représente, en effet, l'aliment complet pour l'enfant et un aliment indispensable parfois pour le malade et le vieillard.

Il tient dans le mouvement commercial un rang de tout premier ordre et a été, de tout temps, l'objet de multiples falsifications.

Au début, les fraudeurs se contentèrent de pratiquer l'écrémage et le mouillage, ce qui leur permettait de vendre le plus possible de lait et le plus possible de beurre, les deux séparément. Plus tard, avec les progrès rapides et merveilleux de la chimie analytique, la fraude devint plus habile, mettant à profit les découvertes les plus récentes ; il en résulta que les chimistes se trouvèrent en face de problèmes nouveaux bien souvent insolubles ; il leur fallut rechercher de nouvelles méthodes plus perfectionnées, qui devaient leur permettre de démasquer la falsification.

C'est ainsi que, tour à tour, pour couvrir la fraude, on introduisit dans le lait, soumis à des manipulations coupables, soit des matières sucrées, soit des matières amylacées, de la colle de poisson, des graisses végétales ou animales, voire même de la matière cérébrale.

Le problème de l'analyse du lait se compliquait ainsi chaque jour, et, l'on se souvient de la difficulté énorme que rencontrèrent de savants professeurs d'une Faculté du Midi, pour arriver à déceler la substitution, même totale, du beurre par une graisse végétale : la Végétaline.

La valeur commerciale d'un lait se mesurant à sa richesse en beurre, l'attention des chimistes s'est particulièrement portée sur le dosage de ce principe.

Le beurre est, en effet, avec la caséine et la lactose, un des trois principaux éléments du lait ; il était donc de toute utilité d'appliquer à son dosage — qu'il s'agisse de l'analyse de précision ou de l'essai rapide d'un lait de consommation — des procédés rigoureusement exacts.

Ces procédés de dosage sont excessivement nombreux ; les uns, d'une rapidité et d'une simplicité extrêmes, ne peuvent donner que des résultats approximatifs ; les autres, plus compliqués, demandent une certaine habitude du laboratoire et doivent être employés dans tous les cas où l'on tient à être fixé d'une manière absolue sur la richesse butyrique d'un lait.

Dosages volumétriques ou dosages pondéraux ; méthodes d'essai sommaire ou méthodes de précision, présentent presque tous quelques inconvénients et sont naturellement sujets à certaines critiques, critiques qui servent alors de base à de nouveaux procédés, dans lesquels, leurs auteurs pensent avoir réalisé l'exactitude la plus grande.

Nous nous sommes donc proposés d'étudier ces différents procédés ; nous nous bornerons à décrire les uns, nous essayerons ceux qui nous paraîtront les plus recommandables, et nous verrons les critiques qu'il convient d'adresser aux uns et aux autres ; enfin, nous concluerons en disant quelles sont, à notre avis, les méthodes qui nous semblent les plus simples et les plus exactes.

Considérations générales sur le Beurre

Le beurre ou la matière grasse que l'on trouve dans le lait des mammifères est, comme toutes les matières grasses, constitué par des éthers de la glycérine. On y trouve surtout de la Palmitine, de la Stéarine et de l'Oléine avec de petites quantités de butyrine, de caproïne et de caprine.

Plus léger que l'eau, il est peu soluble dans l'alcool fort et se dissout au contraire en totalité dans l'éther, l'éther de pétrole, le sulfure de carbone, etc., propriété mise à profit dans la plupart des dosages du beurre dans le lait.

Cette matière grasse se trouve dans le lait sous forme d'émulsion. Si on examine une goutte de cette liqueur à un grossissement de 300 diamètres, on aperçoit sur un fond transparent et incolore une multitude de globules très réfringents, brillants au centre, à contours nets et épais. Ce sont des globules de matière grasse.

La quantité de beurre contenue dans le lait varie avec chaque espèce de mammifère. Dans le lait de femme, suivant qu'on s'adresse au lait proprement dit ou au lait colostral, les chiffres sont compris par litre : d'une part, entre 62 grammes et 18 grammes ; d'autre part, entre 56 grammes et 6 grammes.

Pour le lait d'ânesse, les chiffres extrêmes sont 20 et 8.

Pour le lait de jument : 20 et 1.

Pour le lait de vache : 50 et 30.

Pour le lait de chèvre : 60 et 40.

Pour le lait de brebis : 80 et 60.

On voit déjà l'écart considérable qui existe entre ces nombres extrêmes pour une même espèce.

Mais, ce n'est pas tout; la proportion de beurre peut, en effet, varier dans des limites considérables, suivant la partie de la traite à analyser, les premières parties contenant beaucoup moins de beurre que les dernières.

Voici quelques résultats publiés par M. Lajoux :

Pis droit antérieur.

Premières portions de la traite.....	11gr.90
Milieu de la traite.....	21 30
Dernières portions de la traite.....	43 10
Moyenne.....	25 43

Pis droit postérieur.

Premières portions de la traite.....	12gr.30
Milieu de la traite.....	31 70
Dernières portions de la traite.....	32 73
Moyenne.....	25 57

Mais les résultats sont encore plus suggestifs, si l'on compare les mêmes portions de la traite prélevées aux quatre pis de la même vache.

Pis droit antérieur.

25 juin	16gr.80	13gr.10	12gr.80	7gr.94	12gr.66
3 juillet....	11 90	12 30	8 80	9 50	10 62

La proportion de beurre varie également suivant l'heure de la traite ; le lait du matin est le plus pauvre ; c'est vers le milieu de la journée que les chiffres de beurre sont les plus élevés; c'est ce qui résulte d'un grand nombre d'analyses effectuées par M. Ferry, sur le lait fourni par sept vaches de race hollandaise soumises à une alimentation normale et traitées à fond.

Les moyennes sont les suivantes :

Lait du matin.....	25gr.00
Lait de midi.....	47 20
Lait du soir.....	36 30

D'après M. Lami, la fréquence des traites augmenterait la proportion de beurre.

L'influence de la race sur cette proportion de beurre n'est pas moins importante.

Les vaches de race normande donnent un lait très riche, puis viennent les vaches de race bretonne, suisse, danoise, enfin les vaches de race hollandaise.

Il y a aussi, dans une même race, des variétés meilleures laitières ou meilleures beurrières ; circonstance heureuse pour l'éleveur. L'aptitude à fournir un lait riche est héréditaire. On a pu tirer parti de cette hérédité pour créer des variétés laitières, dans des races surtout aptes à l'engraissement.

Voici quelques résultats :

Race	Beurre °/₀	Auteurs
Normande.....	5gr.60	Marchand.
Durham.....	5 30	—
Hollandaise....	3 65	Girard, Lhôte.
Suisse	3 45	Magnier de la Source.
Normande	4 00	—
Flamande.....	3gr.69 - 5gr.08	Girard.
Normande	3 69 - 4 92	—
Picarde	3 80 - 6 50	—
Suisse	3 80 - 5 20	—
Hollandaise. ...	2 98 - 4 71	Cothereau.
Charolaise	2 33 - 5 02	—
Durham.....	3 69 - 3 99	—
Parthenaise....	4gr.46	—
Tarine	3gr.80 - 4gr.50	—
Parthenaise. ...	2 72 - 6 95	Touchard.
Bretonne.....	3gr.71	—
Jersiaise.	6 10	Gautrelet.
Flamande.....	1gr.90 - 5gr.40	—

La nourriture influe également d'une façon considérable sur la quantité de matière grasse, et c'est sur les vaches de race hollandaise que cette influence paraît être la plus grande.

Au point de vue de l'alimentation, les avis sont aussi très partagés. D'après certains auteurs, cette alimentation prise à l'étable, en permettant de donner une nourriture plus abondante et mieux choisie, devrait augmenter la qualité d'un lait en même temps que sa quantité.

D'après d'autres auteurs, la stabulation donnerait un lait abondant, mais plus pauvre ; tandis que le pâturage augmenterait la richesse en beurre.

C'est, d'ailleurs, pour obtenir ce résultat, que dans les Alpes de Savoie les vaches sont, dans toutes les saisons et par tous les temps, laissées au pâturage.

On a constaté que, d'une façon générale, les nourritures aqueuses donnent un lait abondant, mais plus pauvre ; aussi, a-t-on le grand soin, dans les grandes industries laitières, d'additionner le repas des bêtes de quelques litres d'eau ; le même résultat est obtenu avec les drêches de distilleries ou de sucreries. En somme, c'est là, un simple mouillage indirect.

Certaines plantes, au contraire, telles que le spergule, le maïs, le panais augmentent la proportion du beurre dans le lait.

M. Thomson affirme que la production de beurre augmente avec les produits azotés. M. Playfair le contredit.

Cette proportion serait encore augmentée par l'emploi, dans l'alimentation, des tourteaux des fruits de palmiers.

Il faut bien reconnaître que les différences individuelles, celles de l'âge de l'animal et de l'âge du lait, s'effacent à peu près par le mélange obtenu du lait d'un grand nombre d'animaux (ceci pour les laiteries d'une certaine importance).

En présence de ces considérations, il semble donc bien illusoire de vouloir fixer, pour la proportion de beurre dans le lait, des limites assez restreintes; c'est ce qui explique que le Conseil d'Hygiène de la Seine ait adopté la moyenne de 40 grammes de beurre, et comme minima 27 gr. 30, ce qui correspond à un extrait moyen de 95 gr. et minima de 85 gr. Ce chiffre minimum de 27 paraît très faible pour des laits moyens. D'autres limites ont du reste été fixées ; un arrêté du préfet du Pas-de-Calais du 31 mai 1905 admet 30 gr. comme minimum, tandis que pour le Laboratoire municipal de Paris, c'est 40 gr. ; pour l'Administration de l'Assistance publique, 36 gr., et pour M. Denigès, 40 gr.

En résumé, il est impossible, dans l'état actuel de la Science, de fixer pour tout un pays comme la France et ses Colonies, par exemple, des moyennes bien arrêtées pour les laits, tels qu'on les trouve dans les dépôts, laits qui résultent toujours de coupages en proportions indéfinies.

Il serait donc à souhaiter que l'on établisse pour chaque région des chiffres minima pour les constituants du lait, étant bien

évident que, les moyennes fixées à Paris ne sauraient de prime abord s'appliquer au lait d'Alger.

A ce propos, nous croyons devoir rappeler ici, les principes adoptés en septembre 1908, par le Congrès international de Genève sur la Répression des Fraudes :

« Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum.

« La dénomination de lait, tout court, ne doit s'appliquer qu'au lait de vache. »

Il serait désirable que la composition du lait fût établie par les soins du Pouvoir Public, à la suite d'analyses portant sur des prélèvements officiels nombreux, effectués suivant la région, l'alimentation, la saison et la race des différents animaux. Afin de pouvoir être mis en vente, le lait pur destiné à la consommation doit avoir une composition élémentaire moyenne et une teneur en principes utiles comparables à la composition moyenne du lait fixé dans chaque état et par région laitière.

Nous donnons ci-dessous des tableaux montrant la variation de la matière grasse sous diverses influences :

Influence de l'âge.

Race	Age	Beurre	Auteurs
Normande.....	3 ans	2gr.95	Cothereau.
—	4 1/2	3 04	—
—	5	4 98	—
—	7	4 79	—
Beauceronne.....	3	5 21	—
—	4	3 84	—
—	5	4 22	—
—	6	4 85	—
—	9	4 17	—
—	10	4 24	—
Normande	4	4 07	—
—	5	4 14	—
—	6	4 06	—
—	7	4 04	—

Le rendement en lait d'une vache augmente du premier veau jusqu'au cinquième-sixième et diminue ensuite rapidement.

Variations du beurre au cours d'une lactation.

Mois depuis le velage	Beurre Race Simmenthal (O. Jensen)	Beurre Race ? (Vernois et Becquerel)	
1	3,70	4,25	4,75
2	3,60	7,06	3,50
3	3,50	4,75	
4	3,97	3,74	
5	4,25	4,33	
6	4,47	3,33	
7	4,89	4,51	4,20
8	4,70		
9	4,62		
19 (sans gestation)	6,10		
26 —	6,40		
29 —	6,46		

Influence du climat.

Expériences à Parme, 1883 :

	Beurre %
Parmesanes	3,85
Hollandaises	3,10
Suisses	3,25

D'après Malpeaux et Dorez :

Temps		Beurre %	
Froid	3,75	2,75	3,90
Doux et pluvieux	3,70	2,80	4,20
Très chaud	3,70	2,70	3,85

Influence du travail.

	Beurre Volpe	Stillich	Morgen	Gautrelet
Avant travail	»	»	»	4,02
Après travail	3,83	4,28-4,38	3,17	3,80
Après repas	4,95	4,01-4,17	4,09	»

(Modifications insignifiantes.)

Modifications au cours de la traite (Rajoul).

Quartier antérieur droit :

1re portion	1,19
Milieu	2,15
Fin	4,31
Traite entière	2,54

Quartier postérieur droit :

1re portion	1,23
Milieu	3,17
Fin	5,42
Traite entière	3,27

Il est donc indispensable, pour obtenir un échantillon moyen, de traire à fond, de vider complètement les différents quartiers et d'en bien mélanger le produit.

Des différents Procédés de Dosage du Beurre

Les procédés d'évaluation du beurre dans le lait actuellement employés dans les laboratoires peuvent se ranger en trois groupes :

Premier Groupe

Extraction de la matière grasse au moyen d'un dissolvant approprié, soit directement du lait, soit du lait dont l'eau a été évaporée ou absorbée.

Deuxième Groupe

Extraction du beurre, après avoir détruit les matières caséineuses du lait au moyen de certains réactifs.

Troisième Groupe

Procédés physiques, soit densimétriques, soit photométriques, soit réfractométriques.

ÉTUDE DES PROCÉDÉS DU PREMIER GROUPE

PROCÉDÉS QUI CONSISTENT A EXTRAIRE LA MATIÈRE GRASSE DU LAIT AU MOYEN D'UN DISSOLVANT APPROPRIÉ, SOIT DIRECTEMENT, SOIT DU LAIT PRIVÉ DE SON EAU PAR ÉVAPORATION OU AU CONTACT D'UNE SUBSTANCE ABSORBANTE.

Ces procédés peuvent encore se diviser en trois sous-groupes :

Premier Sous-Groupe

Procédés qui consistent à extraire la matière grasse du lait, directement par un dissolvant approprié.

Deuxième Sous-Groupe

Procédés qui consistent à extraire la matière grasse du lait privé de son eau par évaporation.

Troisième Sous-Groupe

Procédés qui consistent à extraire la matière grasse du lait privé de son eau au contact d'une substance absorbante.

Quatrième Sous-Groupe

Procédés qui consistent à entraîner la matière grasse dans un coagulum de caséine.

Nous allons étudier successivement ces différentes méthodes :

PREMIER SOUS-GROUPE

PROCÉDÉS QUI CONSISTENT A EXTRAIRE DIRECTEMENT LA MATIÈRE GRASSE DU LAIT PAR UN DISSOLVANT APPROPRIÉ

Le principe de la méthode dû à M. Marchand est le suivant :

1° La caséine qui peut emprisonner dans ses grumeaux, quel que soit son mode de coagulation, la plus grande partie de la matière grasse est rendue incoagulable par l'alcool en présence d'un alcali et, par suite, la matière grasse devient libre ;

2° Le beurre ainsi mis en liberté se dissout dans l'éther ajouté au lait ainsi alcalinisé ; enfin, l'addition de l'alcool, tout en provoquant la séparation des liquides en deux couches diminue la solubilité du beurre, dont une portion monte à la surface, entraînant avec elle une partie de l'éther (beurre environ 25 °/₀) ;

3° La montée du beurre est facilitée en plaçant le tube dans un bain d'eau à 40° centigrades.

Dans ce groupe, l'on peut ranger les procédés Marchand, Adam, Esbach.

Procédé Marchand.

Le procédé de M. Marchand ayant été, et, étant encore le plus généralement employé en raison de son côté éminemment pratique, nous en avons étudié avec soin et sans parti pris le manuel opératoire indiquant les modifications plus ou moins heureuses apportées par différents auteurs, et, pour fixer notre opinion, nous avons effectué dans des conditions variées toute une série d'expériences sur plusieurs échantillons de lait.

L'auteur utilisait un lacto-butyromètre, qui, primitivement, consistait en un matras cylindrique à long col et qui, aujourd'hui est remplacé par un tube gradué d'une longueur d'environ 40 centimètres, portant trois traits correspondant aux capacités 10, 20, 30. Au-dessous et au-dessus du trait supérieur, est gravée une division supplémentaire en dixièmes de centimètres cubes.

C'est au moyen de cette petite graduation que l'on mesure le volume de la couche de beurre.

Après des essais nombreux, M. Marchand s'est arrêté à la technique suivante :

1° Neutraliser exactement le lait, quelle qu'en soit la réaction ; verser le lait jusqu'au premier trait, ajouter deux gouttes de lessive de soude à 36 degrés.

Verser de l'éther à 62° jusqu'au deuxième trait, boucher au pouce, agiter vigoureusement.

Ajouter de l'alcool à 86° jusqu'au troisième trait, boucher au liège, secouer, porter au bain d'eau à 43°.

Le liquide se partage en trois couches : une supérieure, formée par une dissolution éthérée de beurre, qui est jaune dans le cas du lait de vache ; elle renferme 3/4 d'éther environ ; une couche moyenne, qui est un mélange éthéro-alcoolique tenant en dissolution une certaine quantité de beurre ; enfin, une couche inférieure, qui est le lait privé de beurre et qui contient une certaine proportion d'alcool et d'éther.

Au bout de vingt minutes, la couche butyreuse n'augmente plus, à ce moment, on lit à la température de 40° le nombre de divisions qu'elle occupe.

M. Marchand avait trouvé que chaque division de la couche butyreuse correspondait à 2 cgr. 33 ; d'autre part, il admettait qu'il restait en dissolution dans le mélange éthéro-alcoolique 12 cgr. 60 de beurre.

Il en résulte donc que si N était le nombre de divisions occupées par la dissolution éthéro-butyreuse, la quantité de beurre dans 10 c/m. c. de lait était exprimée par la formule suivante :

$$N \times 2 \text{ cgr. } 33 + 12 \text{ cgr. } 60$$

ce qui rapporté au litre donne :

$$N \times 2 \text{ gr. } 33 + 12 \text{ gr. } 60$$

Telle est, dans toute sa simplicité, la formule indiquée par M. Marchand.

Avant tout, il convient de remarquer que M. Marchand semble avoir beaucoup hésité avant d'adopter ce mode opératoire définitif.

Il avait tout d'abord indiqué d'employer l'alcool de titre

compris entre 86° et 90° ; puis, à la suite de certaines critiques lui reprochant cette incertitude, il avait opté pour l'alcool à 86°.

Cette décision, comme nous allons l'indiquer dans un instant, n'a pas été des plus heureuses.

Ceci posé il convient de faire les remarques suivantes :

1° La constante 12 gr. 60 est trop élevée et rend impossible l'examen des laits dont la teneur en beurre est inférieure à ce chiffre, ce qui peut arriver ;

2° Le volume de la couche butyreuse n'est pas toujours proportionnel à la quantité de beurre contenue dans le lait et peut donner, suivant les conditions dans lesquelles on opère, des indications très variables ;

3° L'addition de soude plus ou moins hydratée et carbonatée, dans des proportions assez mal définies, peut fausser les résultats ;

4° Le mélange des liquides étant opéré à froid, il en résulte que les premières portions de la colonne butyreuse se dégagent à la température ordinaire, tandis que les dernières prennent naissance dans un milieu à 40°, ce qui peut amener, dans les résultats, des erreurs considérables ;

5° L'alcool à 86° actuellement employé paraît être d'un effet moins heureux que l'alcool à 90° primitivement indiqué, comme le montre si bien l'expérience ;

6° Lorsqu'on mélange le lait à l'éther, on constate qu'il se produit une contraction et le volume du mélange est toujours inférieur à 20 c/m. cubes. Il en résulte que ce n'est plus 10 c/m. cubes d'alcool que l'on ajoute, mais un nombre légèrement supérieur. Or, cela a une importance capitale. M. Marchand avait surtout insisté sur ce point : mélanger exactement 10 c/m. cubes de lait avec 10 c/m. cubes d'éther, mais, il ne semble guère s'être douté du rôle important de la quantité d'alcool que l'on ajoute.

Pour obtenir des résultats valables, il importe, avant tout, que le mélange éthéro-alcoolique soit fait dans des proportions bien fixes et bien définies.

Il faut employer exactement 10 c/m. cubes d'éther et 10 c/m. cubes d'alcool ; une variation de quelques dixièmes de centimètres cubes de l'un de ces dissolvants suffit pour donner des

chiffres qui varient du simple au triple et, quelquefois, plus encore ;

7° La quantité de soude que l'on ajoute au lait doit être exactement mesurée ; et il arrive fréquemment que les deux gouttes de lessive des savonniers, indiquées par M. Marchand, amènent des perturbations considérables, soit qu'il se produise un commencement de saponification, soit qu'il se produise tout autre chose ;

8° L'appareil, tel qu'on le trouve dans le commerce, même provenant des constructeurs les plus réputés, est très souvent mal gradué. Nous avons remarqué sur un certain nombre d'appareils du laboratoire de chimie que les divisions n'étaient pas toujours très exactes ; il nous semblerait plus naturel d'employer l'un de ces tubes à gaz que l'on rencontre dans tous les laboratoires et qui sont très exactement gradués ;

9° La couche éthéro-butyreuse occupe un volume assez considérable ; l'appareil adopté est d'un volume trop grand ; il en résulte que l'appréciation est défectueuse, bien que M. Marchand ait prétendu pouvoir ainsi apprécier les deux millièmes et demi de la quantité totale de beurre contenu dans le lait, et que les chimistes d'Outre-Rhin aient affirmé pousser cette approximation jusqu'à un millième.

Les erreurs sont, dans l'espèce, non des erreurs relatives, mais des erreurs absolues : soit, en effet, un lait marquant 13°2, d'où :

$$N = 12 \text{ gr. } 60 + 13{,}2 \times 2{,}33 = 43 \text{ gr. } 356$$

Les deux millièmes et demi de 43 gr. 336 sont 0,1084. On aurait donc, d'après M. Marchand, une des trois valeurs.

43 gr. 2476 ce qui correspond	à....	13	divisions	14
43 gr. 356 —	à....	13	—	20
43 gr. 4644 —	à....	13	—	24

Il faudrait donc pouvoir apprécier le 1/10 de division de l'appareil, ce qui est absolument illusoire ;

10° Enfin, M. Marchand néglige complètement l'influence de la température ; que l'opération ait lieu en hiver ou en été, les volumes des réactifs et du lait se mesurent toujours à la température ambiante.

Or, d'après Quevesnne, déjà la seule dilatation du lait entre

+ 4° et + 26° est de plus de 5 millièmes ; d'autre part, 100 c/m. cubes d'alcool à 86°, mesurés à + 4°, deviennent 102 c/m. cubes à + 26°, et 100 c/m cubes d'éther à 62°, mesurés à + 4°, deviennent 103 c/m cubes à + 26°.

On voit donc ici encore l'apparition de nouvelles défectuosités qui ne compensent nullement celles déjà signalées.

En suivant exactement la technique indiquée par M. Marchand, nous avons effectué des dosages divers, d'abord, sur du lait naturel, puis, sur ce même lait additionné d'un égal volume d'eau lactosée de densité 1,030.

Les résultats obtenus sont relatés dans les tableaux suivants :

1° *Lait naturel frais.*

NOMBRE DE DIVISIONS de l'appareil	QUANTITÉ DE BEURRE correspondante par litre
14,2	45 gr. 686
13,1	43 gr. 123
12,5	41 gr. 725
13,4	43 gr. 822

2° *Même lait, additionné d'un égal volume d'eau lactosée de densité 1,030.*

NOMBRE DE DIVISIONS de l'appareil	QUANTITÉ DE BEURRE correspondante par litre
6,9	28 gr. 677
7,5	30 gr. 075
7,7	30 gr. 541
6,8	28 gr. 644

A l'inspection de ces chiffres, on voit déjà :

1° Que les résultats obtenus avec le même échantillon de lait ne sont guère comparables entre eux ;

2° Que les chiffres obtenus sont plus forts avec du lait étendu, qu'avec du lait naturel.

Les essais suivants, faits avec de l'alcool à 90°, nous ont donné les chiffres ci-dessous :

A) Lait naturel :

Nombre de degrés = 13,8 — 13,1 — 13,7, moyenne = 13,33

B) Lait étendu d'un égal volume d'eau lactosée de densité 1,030 :

Nombre de degrés = 6,8 — 7,7 — 6,7, moyenne = 6,9.
Or 2 × 6,9 = un nombre voisin de 13,76.

La substitution de l'alcool à 90° à l'alcool à 86° a donc suffi pour améliorer les résultats d'une façon considérable et les rendre parfaitement comparables.

Il est bien évident que l'appareil ne peut plus être employé dans les conditions indiquées par M. Marchand et qu'il faut en modifier la graduation.

Frappés de ces résultats, nous nous sommes demandés quelle était l'influence du degré alcoolique. Nous avons effectué des essais sur un même lait en nous servant successivement d'alcool 86°; 90°, 92°, 95°. Les résultats correspondants sont les suivants :

Avec	l'alcool 86°	34 grammes.
—	88°	37 gr. 5.
—	90°	40 gr. 3.
—	92°	38 gr. 1.
—	95°	32 gr. 8.

On voit donc que les chiffres passent par un maximum avec l'alcool à 90° pour reprendre des valeurs symétriques avec des alcools de titre supérieur.

L'influence pertubatrice de la soude est non moins évidente. Un lait naturel marque 13°5, additionné de cinq gouttes de soude, il ne marque plus que 4°1 ; les deux gouttes de lessive des

savonniers indiquées par M. Marchand sont le plus souvent de trop. Il semble que, dans la plupart des cas, une seule goutte suffirait amplement ; nous croyons même que l'emploi d'une lessive plus étendue serait préférable.

Nous avons également recherché l'action des mélanges éthéro-alcooliques en proportions non exactement égales.

10 c/m. cubes d'un lait additionné de 10 c/m. cubes d'éther, puis de 10 c/m. cubes d'alcool à 90°, mesurés exactement avec des pipettes, indique : 15,1.

Le même lait, additionné de 10 c/m. cubes 2 du même alcool, également mesurés avec des pipettes, indique : 15,5.

La même opération, faite avec 10 c/m. cubes du même alcool, donne un chiffre plus fort : 16,3.

Si la proportion d'alcool à 90° reste fixe (soit 10 c/m. cubes) et si l'on fait varier le volume d'éther, on obtient les résultats suivants :

Avec 10 c. c.	d'éther.....	15,4
— 9 c. c. 9	—	14.8
— 8 c. c.	—	10,1

Nous devons donc conclure que le procédé de M. Marchand, tel qu'il a été indiqué dans les ouvrages classiques, et tel qu'il a été modifié par son auteur, ne donne pas du tout des résultats comparables et ne convient même pas à des essais sommaires.

Cependant, l'emploi des réactifs mesurés avec des pipettes, et la substitution de l'alcool à 90° à l'alcool à 86°, amélioreraient considérablement les chiffres obtenus et le procédé pourrait alors convenir à des essais rapides, tels qu'on les pratique à la ferme ou dans les commissariats de police ; mais, il serait nécessaire, de déterminer la nouvelle valeur de chaque division, ce que nous n'avons pu faire, et d'opérer à la température + 15°, en refroidissant ou en réchauffant le lait suivant les saisons.

Le procédé Marchand fut à son époque une véritable nouveauté et, après avoir été adopté par tous les laboratoires officiels, il ne tarda pas à subir les effets d'une critique sévère qui le fit complètement abandonner.

M. Adam, pharmacien de l'hôpital Beaujon, a indiqué, vers la même époque, une nouvelle méthode.

Les modifications apportées à l'appareil et au procédé Marchand sont les suivantes :

L'appareil, d'une capacité totale de 50-55 c/m. cubes, se compose de deux boules superposées, séparées l'une de l'autre par un étranglement et d'un tube droit, inférieur gradué, que terminent un robinet en verre et une courte tubulure effilée.

La boule supérieure porte un col étroit sur lequel peut s'ajuster un bouchon qu'on aura soin de tailler en biseau.

Au niveau de l'étranglement qui sépare les deux boules, le galactomètre porte un trait circulaire jaugeant 10 c/m. cubes à partir du robinet, la boule supérieure porte à peu près en son milieu un trait mesurant 32 c/m. cubes à partir du robinet.

La tubulure porte un trait supérieur marqué 0, et un inférieur marqué 70°. L'espace compris entre ces deux limites a une capacité de 0 c. c. 80, divisée en 70 degrés, dont chacun représente un gramme de beurre par litre de lait.

Les réactifs employés sont :

1° Alcool ammoniacal.....	Alcool à 90°.....	333
	Eau distillée.....	55
	Ammoniaque pure 22°.....	12
	Ether sulfurique 65°.....	440
2° Acide acétique étendu...	Acide acétique cristallisé...	150
	Eau distillée Q. S.....	1000

On introduit dans l'appareil 10 c/m. cubes de lait de la manière suivante :

Le robinet, préalablement graissé avec soin et ouvert, est plongé par son extrémité dans le lait bien mélangé et contenu dans un vase à large ouverture. On fait monter doucement le liquide par aspiration jusqu'au trait 10° ou un peu au-dessus ; on ferme le robinet, on l'essuie ; puis on l'entr'ouvre légèrement pour laisser écouler l'excès.

On a ainsi, entre le robinet et le trait, 10 c/m. cubes de lait exactement mesurés.

On verse alors, par l'ouverture supérieure de l'appareil, de l'alcool ammoniacal jusqu'au trait 32 c/m. c. On bouche hermétiquement et solidement, puis on retourne l'appareil de manière à faire passer tout le liquide dans la grande boule, où le mélange s'accomplit. On répète cette manœuvre jusqu'à ce qu'on ait obtenu une liqueur parfaitement homogène, et que les parois de l'appareil soient bien nettes.

On place alors l'appareil sur un support ou sur une éprou-

vette et on le laisse au repos pendant cinq minutes. Après ce temps, la séparation est complète. Le liquide est partagé en deux couches : l'une supérieure et liquide contenant le beurre, l'autre inférieure, opaline, renfermant tous les autres principes du lait. De plus, le conduit de la clef du robinet et la portion effilée située au-dessous sont obstrués par une petite quantité de lait qu'il faut éliminer.

A cet effet, on commence par ôter le bouchon de l'appareil ; puis on entr'ouvre avec précaution le robinet. Le lait, plus dense que le liquide intérieur, se laisse déplacer par lui sans s'y mélanger.

Lorsque la séparation est ainsi bien complète, la liqueur inférieure est soutirée jusqu'à un demi centimètre près dans une éprouvette graduée ou dans un vase jaugeant exactement 100 c/m. cubes. On donne à l'appareil solidement rebouché une ou deux secousses ; on le roule vivement entre les deux mains et on le laisse reposer. Il se forme inférieurement une nouvelle colonne opaline que l'on réunit à la première. En répétant une ou deux fois cette manœuvre, sans jamais laisser le liquide clair s'engager dans le robinet, on arrive à une séparation presque complète des deux couches.

On verse alors dans l'appareil de l'eau distillée jusqu'au trait 32 c/m. cubes de la grande boule, en prenant soin de la faire couler doucement, de façon à ce qu'elle ne tombe pas directement dans la liqueur inférieure, mais s'étale en nappe sur les parois de l'appareil, que l'on fait tourner lentement dans la main gauche pendant cette affusion.

Grâce à cette précaution, on évite tout trouble. L'eau, chargée des matières enlevées aux parois et parfaitement limpide, occupe la partie inférieure de l'instrument, surnagée par le liquide butyreux.

On laisse reposer cinq minutes, afin que la dissolution soit complète ; on soutire avec précaution cette eau, que l'on réunit à la première liqueur recueillie dans l'éprouvette ; on additionne ce mélange aqueux de 2 à 3 c/m. cubes d'acide acétique étendu ; on parfait le volume de 100 c/m. cubes avec de l'eau distillée ; on agite vivement avec une baguette de verre, jusqu'à ce qu'on voie des flocons de caséine nager dans le liquide clair ; on couvre et on met à part.

A ce moment, il ne reste dans l'appareil que la solution

éthéro-alcoolique de beurre et une faible partie d'eau engagée dans le robinet. Il suffit d'éliminer cette eau, de recueillir la solution butyreuse dans une capsule tarée et de procéder à l'évaporation comme suit. (Ici on peut opérer volumétriquement).

Pour opérer rapidement et sûrement la pesée du beurre, il importe de le débarrasser, avant de le soumettre à l'évaporation, des dernières traces d'eau ou d'acide. Pour y parvenir, on laisse se rassembler le peu de liquide restant. Quand la petite colonne qui s'en est formée n'augmente plus de hauteur, on entr'ouvre très légèrement le robinet et on le ferme au moment où la colonne butyreuse, chassant devant elle les dernières traces de liquide aqueux, est descendue à un millimètre de l'ouverture inférieure de l'appareil.

Enfin, ce dernier millimètre est encore soustrait en appuyant la pulpe du doigt sur un papier à filtre et sur l'ouverture.

Toutes ces précautions ont pour but d'abréger l'évaporation des liquides volatils et de favoriser l'isolement du beurre.

Lorsqu'on a ainsi éliminé toute trace d'humidité, on laisse écouler le contenu de l'appareil dans une petite capsule de porcelaine à fond plat tarée d'avance. On rince l'intérieur de l'appareil à deux reprises en employant 2 c/m. c. d'éther à chaque fois et en faisant participer le bouchon au lavage ; cet éther est réuni au beurre déjà recueilli dans la capsule et on procède à l'évaporation. Celle-ci s'exécute, soit à l'étuve, soit au bain-marie, soit en faisant flotter la capsule sur de l'eau distillée. L'essentiel est, dans tous les cas, de partir de la température ambiante qu'on élève graduellement, afin d'éviter toute ébullition.

L'évaporation est complète lorsque la capsule ne donne plus ni l'odeur de l'éther, ni celle de l'acide acétique. Il est toujours plus sûr de terminer à l'étuve à + 100°.

Les améliorations apportées par M. Adam au procédé Marchand sont parfois heureuses, mais, elles sont loin de donner les résultats que l'on serait en droit d'attendre d'une manipulation aussi longue et aussi délicate.

M. Adam recommande de graisser soigneusement le robinet de l'appareil. C'est là, une recommandation plutôt néfaste. La graisse, quelle qu'elle soit, au cours de l'opération, finit par se dissoudre complètement dans les dissolvants et augmente

d'autant la quantité de beurre; il ne faut pas oublier, en effet, que l'on opère sur 10 c/m. c. de lait. Nous pensons que l'emploi d'une ampoule à décantation ordinaire, simplement fermée par un caoutchouc et une pince de Mohr, pourrait remplacer avantageusement le lacto-butyromètre à robinet.

L'emploi de l'ammoniaque est bien préférable à celui de la soude ; son action est moins violente ; on ne risque pas de saponifier la matière grasse ; en tous cas, on ne constate jamais le brunissement du lait, tel qu'on le remarque parfois avec la soude.

L'emploi de l'alcool à 90° est à signaler comme une modification heureuse.

La méthode ne permet pas d'extraire la totalité de la matière grasse du lait. Les liquides décantés retiennent toujours une quantité de beurre très faible, il est vrai, mais existante tout de même, ainsi que nous nous en sommes assurés en évaporant ces liquides, en broyant le résidu obtenu avec du sable, et l'épuisant au Soxhlet pendant six heures.

D'autre part, le liquide éthéro-butyreux en question retient en suspension d'autres matières, probablement de nature caséineuse. Il faut alors évaporer cette liqueur, la reprendre par l'éther, filtrer et évaporer de nouveau et l'on n'est pas encore sûr d'avoir éliminé totalement cette impureté.

La méthode volumétrique est absolument à rejeter ; le tube qui sert à mesurer est trop étroit, les moindres variations de température produisent des dilatations du verre et des liquides, qui ne se compensent nullement.

Les essais effectués par cette méthode nous ont donné les nombres suivants :

LAIT NATUREL	LAIT + un égal volume d'eau lactosée	DIFFÉRENCE
36 gr. 72	18 gr. 95	+ 0,82
32 gr. 60	15 gr. 50	— 0,40
39 gr. 16	19 gr. 75	— 0,34

Les résultats obtenus sont assez comparables. Sur trois laits, nous avons effectué le dosage du beurre par la méthode officielle française, puis par la méthode Adam.

Dans le premier cas, nous avons obtenu :

36 gr. 722 36 gr. 52 32 gr. 12

Dans le deuxième cas, nous avons trouvé successivement :

34 gr. 41 40 gr. 15 35 gr. 80

Les différences respectives sont donc :

33 gr. 12 + 3 gr. 63 + 3 gr. 60

L'erreur est considérable et on ne saurait employer ce procédé lorsqu'il s'agit d'effectuer des analyses rigoureuses, telles que celles que réclament par exemple des expertises judiciaires.

Nous nous sommes étendus un peu longuement sur les procédés Adam et Marchand, parce qu'ils sont les plus connus et les plus fréquemment employés. Ces procédés sont aussi les plus importants de ce groupe ; on les a modifiés de bien des façons ; nous allons indiquer très rapidement les perfectionnements que quelques auteurs on cru devoir leur apporter, sans nous y étendre davantage, parce que ces méthodes ne sont pas d'un emploi courant dans les laboratoires.

M. Meillère, retenant une des grosses défectuosités du procédé Adam : l'entraînement dans le liquide éthéré d'une matière autre que le beurre, affirme que l'addition d'éther de pétrole précipite ces impuretés. Après avoir séparé la couche éthérobutyreuse, tel que l'indique M. Adam, mais en ayant soin de maintenir dans l'appareil 4 ou 5 c/m. cubes de liquide opalin, M. Meillère ajoute 5 à 10 c/m. cubes d'éther de pétrole, qui oblige à passer dans la couche hydro-alcoolique sous-jacente les impuretés que l'éther sulfurique avait entraînées ; il ne reste plus qu'à séparer ce dernier liquide, pour obtenir une dissolution pure de beurre dans l'éther.

A notre avis, ce mode opératoire ne semble guère améliorer les résultats ; car, ainsi que l'ont constaté avant nous de nombreux chimistes, les liqueurs hydro-alcooliques décantées retiennent toujours une certaine proportion de matière grasse très

faible, il est vrai, mais, de même ordre de grandeur que celle que nous avions déjà constatée avec le procédé Adam.

Il nous reste maintenant à examiner, dans ce sous-groupe, le procédé imaginé par **M. Esbach**.

Tout en conservant le double principe :

1° Emploi de l'alcool et de l'éther ;

2° Empêchement de la coagulation de la caséine ou de l'emprisonnement du beurre. M. Esbach modifie successivement tous les points de la méthode Marchand.

L'instrument proposé par l'auteur est un matras à long col cylindrique, qui porte une graduation spéciale destinée à mesurer la colonne butyreuse.

On utilise, au cours de l'opération, un bain d'eau qui devra être maintenu exactement à la température de 40°.

Les réactifs employés sont :

Alcool à 90°	15 c/m cubes.
Ether à 65°	85 —

Le manuel opératoire est le suivant :

Introduire dans le matras, à l'aide de pipettes jaugées, 10 c/m cubes de lait, puis 10 c/m. cubes d'alcool citrique, ainsi préparé :

Alcool à 90°	100 c/m cubes.
Acide citrique pur	6 grammes.

Boucher avec un petit bouchon de caoutchouc et, saisissant le matras près de son col, secouer d'abord à petits coups puis à grandes secousses, de façon qu'il soit impossible d'apercevoir le moindre grain de caséine.

Laisser le liquide reprendre sa place et déboucher. Ajouter 10 c/m. cubes du mélange éthéro-alcoolique, boucher solidement, ne pas mélanger et porter le matras et son contenu dans le bain-marie à la température de 40°. C'est là un point capital.

En effet, si négligeant de prendre cette précaution les mélanges étaient faits à la température ordinaire, il en résulterait que les premières portions de la colonne éthéro-butyreuse se dégageraient d'un milieu froid, tandis que les dernières prendraient naissance à 40°, ainsi que nous l'avons déjà constaté au sujet du procédé Marchand, et les erreurs pourraient être ainsi rendues considérables.

Donc, opérer le mélange définitif lorsque le matras aura été plongé trois ou quatre minutes dans le bain d'eau à 40°.

Faciliter la répartition uniforme de la chaleur, en soufflant dans un tube de verre qui plonge dans ce bain-marie.

Retirer le matras du bain, le renverser horizontalement, les deux couches glissent l'une sur l'autre ; renverser à ce moment le matras dix fois, pour rendre le mélange absolument homogène.

Reporter ce matras dans le bain d'eau à 40°, et, le plaçant à peu près verticalement, laisser monter pendant 30 minutes. Ne jamais terminer l'opération sans avoir fait pivoter plusieurs fois et assez vivement le matras sur son axe, s'assurer qu'aucune bulle de graisse ne monte plus et lire le résultat.

Retirer le matras du bain, puis, le tenant de la main gauche placée près du bouchon et bien verticalement, amener le niveau supérieur de la colonne de beurre à la hauteur de l'œil, lire une première fois en tenant compte des fractions de divisions. Elever maintenant l'instrument de manière à amener dans l'horizontale visuelle le niveau de la couche butyreuse ; lire une deuxième fois avec les mêmes précautions. Du premier chiffre lu, retrancher le second et se reporter à la table spéciale pour connaître le poids du beurre que contient un litre de lait en expérience.

M. Esbach affirme, qu'en opérant ainsi, on peut s'attendre à une grande constance entre les résultats de plusieurs analyses.

Plus tard, l'auteur modifia son lacto-butyromètre en en réduisant le volume de moitié. Il opère alors sur 5 c/m. cubes de lait, auxquels il ajoute 5 c/m. cubes d'eau ammoniacale ainsi obtenue :

Ammoniaque de densité 0,92.....	50 c/m. cubes.
Eau distillée.....	50 —

Il rejette donc l'emploi de l'acide citrique et remplace également le mélange éthéro-alcoolique par un réactif éthéro-alcoolique ammoniacal, indiqué par M. le professeur Denigès.

Alcool à 90°.....	125 c/m. cubes.
Ether sulfurique à 65°	100 —
Ammoniaque D. 0,92.....	10 —

On emploie 20 c/m. cubes de ce réactif, le mode opératoire est le même que précédemment. Au lieu de se servir de la table

spéciale, on peut calculer très facilement la proportion de beurre contenue dans un litre de lait, au moyen de la formule suivante :

$$x = n \times 1 \text{ gr. } 50 + 6 \text{ grammes.}$$

où n représente le nombre de divisions lues. Plus simplement encore, l'opération peut se faire dans un tube à gaz ordinaire, la formule devient alors :

$$x = n \times 6 \text{ gr.} + 6 = 6\,(n + 1)$$

D'après ces formules, on admet donc qu'il reste encore en dissolution 6 grammes de beurre dans les liqueurs hydro-alcooliques.

Le procédé Esbach nous semble réunir un certain nombre d'avantages indiscutables, le mode opératoire a été étudié dans tous ses détails et indiqué très exactement. Les résultats obtenus avec un même lait sont très comparables, ainsi que nous nous en sommes assurés et que le confirme l'expérience suivante, effectuée dans un tube à gaz ordinaire :

Première expérience.

Lait naturel.

36 gr. 00 — 35 gr. 70 — 35 gr. 8

Deuxième expérience.

Même lait + son volume d'eau lactosée (d. 1,030).

18 gr. 8 — 19 gr. 1 — 18 gr. 7

Néanmoins, ce procédé ne saurait être employé avec un lait un peu ancien ; d'autre part, la proportion de 6 grammes de beurre, que l'on admet restée en dissolution dans le mélange hydro-alcoolique ne saurait être considérée comme une constante absolue. Ce nombre varie avec la quantité totale du beurre contenue dans le lait; si ce chiffre paraît exact pour des laits ayant une teneur de 35 à 40 grammes de beurre par litre, il ne saurait plus être admis pour des laits de teneur inférieure ou supérieure. Pourtant, la modification de M. Esbach présente des avantages incontestés.

Nous pourrions citer toute une série de procédés basés sur les mêmes principes utilisant des dissolvants variés et des appa-

reils non moins variés ; toutes ces modifications pêchent par la base, on peut leur adresser les reproches que nous avons faits à la méthode Marchand et nous sommes bien obligés de conclure que, de tous les procédés de ce sous-groupe, il ne convient de retenir, comme vraiment intéressants, que ceux de M. Adam et M. Esbach.

DEUXIÈME SOUS-GROUPE

PROCÉDÉS QUI CONSISTENT A EXTRAIRE LA MATIÈRE GRASSE DU LAIT PRIVÉ DE SON EAU PAR ÉVAPORATION

Dans le deuxième sous-groupe, se trouvent les méthodes utilisant l'extrait du lait. Ce sont les méthodes de MM. Baumhauer, Grandeau et Bruner.

Lorsqu'on veut extraire le beurre du résidu sec du lait, il est nécessaire d'opérer avec une extrême attention, toute la chance de succès dépendant de la manière dont a été obtenu l'extrait. Si cet extrait est préparé en évaporant du lait au bain-marie, il faut avoir grand soin que la température du bain-marie ne dépasse pas 95°. Au-dessus de cette température, on risquerait de décomposer la matière grasse. D'autre part, il faut que la dessiccation ne soit pas poussée trop loin. Si le résidu de l'évaporation a pris cette apparence vernissée que l'on connaît bien, il devient inutile de chercher à l'utiliser pour en extraire la matière grasse. Cette apparence vernissée est, en effet, due à une combinaison intime de la caséine et du beurre, combinaison que les différents dissolvants n'arrivent pas à attaquer, même après des épuisements prolongés et répétés, ainsi que nous l'avons constaté d'ailleurs au cours de nos essais.

Il est indispensable de veiller à obtenir un extrait complètement blanc, non encore absolument aggloméré, et cependant suffisamment privé d'eau pour que les dissolvants puissent avoir sur lui l'action désirée. Il y a là un certain tour de main à saisir.

L'on pourrait songer à obtenir cet extrait à basse température dans le vide, mais l'opération devient alors très longue, le lait risque de s'altérer et, sans vouloir parler d'une décomposition possible du beurre, il est néanmoins hors de doute qu'une

quantité appréciable de lactose se transformerait en acide lactique et viendrait ainsi augmenter, dans une notable proportion, la teneur du lait en beurre, puisque cet acide lactique serait entraîné par les dissolvants employés.

Une fois l'extrait obtenu dans les conditions voulues, conditions très pénibles à réaliser, la difficulté n'est pas encore complètement écartée. Il faut, avant de procéder à l'épuisement, réduire cet extrait en poudre fine ; cela est loin d'être facile ; la matière reste adhérente au mortier et au pilon et, si l'on n'a pas recours à un intermède, il sera totalement impossible d'arriver au but désiré.

Il convient donc d'ajouter à l'extrait une matière telle, que le sable, destinée à obtenir une division parfaite. Il est important que l'intermède ajouté soit inerte. La poudre ainsi préparée, introduite dans un appareil à lixiviation, est alors épuisée par le dissolvant choisi ; ici, se présente une nouvelle difficulté. Si la poudre est mal ou trop peu tassée, il arrive qu'il se produit dans la masse des fissures, que le liquide d'épuisement suivra de préférence. Il en résulte que toute la matière grasse ne sera pas complètement entraînée ; d'où, des résultats erronés. Lorsque les conditions de lixiviation sont parfaitement réalisées, l'épuisement doit être continué pendant plusieurs heures. Il faut alors évaporer la liqueur et avoir soin de produire cette évaporation dans un vase à parois assez élevées, parce qu'il se produit toujours ici le phénomène bien connu du grimpement. En outre, il convient d'effectuer l'évaporation à une température pas trop élevée ; car, il se produirait une décomposition partielle de la matière grasse.

Les expériences suivantes démontrent amplement ces assertions :

Un lait est évaporé dans trois capsules cylindriques en verre à fond plat de même diamètre, telles que celles que l'on utilise pour l'extrait des vins, à raison de 10 c/m. cubes par capsule.

Dans la première capsule, l'opération a été conduite avec toutes les précautions indiquées, le résidu lavé a été écrasé avec 20 grammes de sable, puis calciné, et le tout a été placé dans un Soxhlet et épuisé pendant six heures par l'éther à 65° neutre. Dans ces conditions, la quantité de beurre trouvée est de : 39 gr. 72 par litre.

Dans la deuxième capsule, l'extrait a été obtenu au bain-

marie, sans précautions spéciales, cet extrait a l'apparence vernissée que nous avons signalée ; on l'écrase avec 20 grammes de sable fin lavé et calciné, comme dans l'opération précédente, et l'épuisement est effectué dans les mêmes conditions.

Le poids du beurre trouvé est, cette fois-ci, de 30 gr. 21.

Si l'on reprend cette masse, qu'on la triture de nouveau avec du sable, et qu'on la soumette à un nouvel épuisement comme tout à l'heure, on obtient encore 2 gr. 50 de beurre.

Si l'on répète l'opération une troisième fois, on constate que le liquide lixiviateur entraîne une nouvelle quantité de beurre très faible, il est vrai, mais, existante pourtant.

Une quatrième opération nous amènerait à une semblable constatation.

Dans la troisième capsule, l'extrait a été obtenu au bain-marie encore, sans aucune précaution ; cet extrait, grossièrement écrasé est épuisé comme précédemment au Soxhlet ; la quantité de beurre n'est plus que de 24 gr. 11. Si le résidu est alors trituré avec du sable, on constate qu'un nouvel épuisement donne 5 gr. 9 de beurre.

Enfin, il convient de rappeler l'influence que peut exercer sur les résultats la forme de la capsule ; cette influence a déjà été signalée au sujet de l'obtention de l'extrait. Il faut donc avoir grand soin d'opérer dans des capsules cylindriques à fond plat.

Procédé Denigès.

Pour extraire le beurre du résidu sec de lait, on met dans une capsule de porcelaine à fond plat 10 c/m. cubes de lait et deux gouttes d'acide acétique cristallisable ; on mélange et on évapore au bain-marie ou dans l'étuve à eau bouillante.

Quand la dessiccation est presque achevée, on râcle la capsule sur une feuille de papier noir glacé (pour éviter des pertes), on pulvérise les morceaux d'extrait avec l'extrémité aplatie d'un agitateur et on remet encore une heure à l'étuve.

Cela fait, avec la pointe d'un couteau, on fait tomber l'extrait pulvérisé et les parties encore adhérentes à la capsule sur une feuille de papier qui servira à introduire le tout dans un flacon de 60 c/m. cubes lavé à l'eau acidulée, puis à l'eau pure, à l'alcool, à l'éther, puis enfin parfaitement séché.

On ajoute, mesurés avec une pipette, 40 c/m. cubes d'un liquide préparé avec :

Ether sulfurique.....	100 c/m. cubes.
Alcool 90°.....	10 —
Ammoniaque.....	2 —

On bouche solidement, on agite bien pendant quatre à cinq minutes et on laisse reposer. Lorsque le liquide surnageant est bien clair, on en prélève 20 c/m. cubes qu'on fait écouler dans une capsule tarée, on fait évaporer d'abord au bain-marie, puis à l'étuve à 100°-110° Enfin on pèse. Le poids du beurre obtenu, multiplié par 200, donne la proportion de ce corps contenu dans un litre de lait examiné.

Le procédé indiqué par M. Denigès est loin de répondre à toutes les conditions désirables. L'auteur évapore l'extrait sans précautions ; la division est loin d'être parfaite ; il se contente d'écraser l'extrait avec un agitateur, par conséquent la matière grasse reste emprisonnée dans des agglomérats de caséine.

Le mode d'épuisement est défectueux ; l'agitation recommandée est insuffisante pour espérer obtenir une extraction complète de la matière grasse ; d'autre part, l'auteur semble admettre que le volume du liquide introduit dans l'appareil ne varie pas au cours de la manipulation. Or, cela est absolument illusoire. Nous ne nous attarderons pas à ce procédé et nous allons examiner avec plus de soins la méthode de M. Baumhauer.

Méthode Baumhauer.

La méthode Baumhauer repose sur l'emploi du sable, dans lequel on fait absorber et dessécher le lait.

On commence par purifier le sable, la purification par le grillage est très suffisante. On confectionne ensuite une sorte de petite caisse, en posant sur un morceau de bois carré une petite feuille d'étain très propre et ne présentant par transparence aucune piqûre à jour. Dans cette petite caisse, on verse environ 8 grammes de sable, en l'égalisant sur le fond et dans les coins, et l'on pèse le tout recouvert d'une feuille de mica. On ajoute 2 centimètres cubes de lait mesurés avec une pipette, on couvre avec la lamelle de mica et l'on pèse : l'augmentation de poids

donne celui du lait versé ; on retire alors la caisse et on la porte au bain-marie. La dessiccation ne demande que trois quarts d'heure environ. Après ce temps, on laisse refroidir un peu le gâteau ainsi obtenu, on le broie sans violence, mais avec soin dans un petit mortier de cristal de 60 c/m. cubes de capacité environ et, lorsque l'étain n'existe plus qu'en petites paillettes, on verse le contenu du mortier sur une feuille de papier glacé, puis, de là, dans l'appareil à déplacement. On met de côté le pilon et le mortier.

L'appareil à déplacement dont on se sert est facile à réaliser. On utilise l'entonnoir cylindrique de l'un de ces tubes de sûreté que l'on trouve dans tous les laboratoires. Il suffit de l'enfiler un peu au-dessous de l'entonnoir et de le couper. On place au fond de cet appareil, à l'aide d'un agitateur à bouton, une mèche d'amiante très mince disposée en petit plumasseau. Par-dessus cette couche d'amiante, on fait tomber un petit disque de laiton argenté, auquel on a donné une forme légèrement concave. C'est alors que l'on verse le sable pilé dans l'appareil ; l'épuisement se fera à froid au moyen de l'éther. Autour de l'appareil à épuisement on dispose un petit filtre de papier placé dans un entonnoir, ce dernier se trouve disposé au-dessus de la capsule destinée à recevoir le liquide d'épuisement. Ceci posé, à l'aide d'une pipette on verse 3 ou 4 c/m. cubes d'éther, goutte à goutte, sur le pilon tenu au-dessus du mortier. Avec une nouvelle prise d'éther, on lessive les parois du mortier, le liquide est renversé d'un seul coup sur le sable qui se trouve dans l'appareil à déplacement ; le mortier est lavé une deuxième fois et, rapidement, on joint ce liquide au premier. A ce moment, on enfonce directement un gros fil de platine bien propre jusqu'à la rencontre de la toile métallique, on retire l'agitateur de 5 à 6 millimètres et on remue circulairement la masse, le dissolvant pénètre ainsi partout ; on retire le fil agitateur et l'on fait couler à sa surface quelques gouttes d'éther. On laisse le liquide d'épuisement s'écouler, puis, dès que le sable est à nu, on ajoute encore 3 ou 4 centimètres cubes d'éther en promenant circulairement le bout de la pipette près des bords de l'entonnoir. Il est nécessaire que l'écoulement ne soit pas trop rapide ; on répète ces lavages un grand nombre de fois, jusqu'à l'emploi de 50 centimètres cubes d'éther environ ; ceci fait, on procède aussi au lavage du filtre.

Il ne reste plus alors qu'à évaporer les solutions éthéro-

butyreuses qui se trouvent rassemblées dans la capsule ; cette dernière sera en cuivre argenté, de forme haute.

Telle est la méthode primitive de M. Bruner, modifiée ensuite par M. Baumhauer.

Le sable est certainement l'intermède le plus pratique que l'on puisse employer, les grains se séparent sous le pilon et ne s'écrasent pas ; son emploi constitue donc la véritable méthode par multiplication des surfaces. Le manuel opératoire est très précis; néanmoins, l'auteur ne semble pas avoir tenu un compte suffisant des résultats dangereux que peut amener une dessiccation trop prolongée. Il admet, en effet, qu'un séjour de trois quarts d'heure de la capsule sur le bain-marie est suffisant, mais il ajoute ceci : un peu plus, ne saurait être nuisible.

Lorsqu'on suit exactement ce mode opératoire, on constate qu'il reste sur le filtre un dépôt noirâtre, ce dépôt est dû à de l'étain très finement divisé ; l'épuisement à froid ne donne pas toujours des résultats absolument satisfaisants, il est préférable, à notre avis, d'effectuer cette opération dans un Soxhlet, en s'aidant d'un bain-marie, on utilise ainsi beaucoup moins d'éther, ce qui est un avantage appréciable ; en outre, le dissolvant repasse ainsi plusieurs fois sur la matière à épuiser. Il convient également d'opérer avec de l'éther à 65°, bien que l'auteur n'indique pas la densité qu'il a choisie.

Nous avons opéré sur un lait naturel ; six analyses ont été faites, dont voici les résultats :

37 gr. 15 — 37 gr. — 37 gr. 20 — 37 gr. 10 — 36 gr. 9 — 37 gr. 10

soit 1 °/₀ de différence entre les résultats extrêmes.

Evidemment, il faut tenir compte ici des erreurs de manipulation et de l'évaporation du lait pendant la pesée. Nous sommes obligés de constater que cette méthode donne des résultats d'une concordance remarquable.

A la suite de la méthode Baumhauer, nous citerons le procédé Grandeau, qui est basé sur le même principe. Le mode opératoire est le suivant :

On mélange dans une capsule 20 c/m. cubes de lait avec 8 grammes de marbre pulvérisé et bien sec, on sèche le mélange à l'étuve ou au bain-marie, en ayant soin de ne pas dépasser 55°.

Lorsque la masse est devenue pâteuse, on la divise à l'aide d'un agitateur et on achève de la dessécher. On introduit le résidu dans un tube de verre effilé inférieurement de 15 à 20 centimètres de longueur, sur 15 millimètres de diamètre et bouché avec un tampon de ouate. On lave la capsule à l'éther, on épuise avec le même liquide le contenu du tube de verre, on reçoit le liquide éthéré dans une capsule tarée. On évapore l'éther et on pèse le résidu.

La substitution du marbre au sable ne présente pas un avantage appréciable ; on obtient une masse compacte, dont la pulvérisation est très difficile. D'autre part, l'évaporation et la dessiccation dans une capsule ne sont point pratiques ; car le résidu adhère fortement aux parois et il est impossible de l'enlever, même en râclant très longtemps ; d'où, une perte sensible. L'emploi des petits plateaux de Baumhauer est bien préférable. L'évaporation à 55° est une bonne précaution,

L'épuisement à l'éther, tel que l'indique M. Grandeau, est insuffisant ; on n'arrive pas à extraire toute la matière grasse comme nous nous en sommes assurés : après un épuisement, si on place le résidu dans un Soxhlet et qu'on le soumette à une lixiviation de plusieurs heures, on constate que l'on a pu extraire ainsi une nouvelle proportion de beurre qui n'est pas à négliger.

Comme intermède, on a aussi employé le sulfate de baryum (procédé Wilk), du charbon de bois (procédé Bruner), et du plâtre lavé (procédé Hardlen).

On pourrait remplacer aussi l'éther sulfurique par de l'éther de pétrole, du sulfure de carbone ou tout autre dissolvant.

La méthode Baumhauer nous paraît présenter le maximum de précision. Cependant, il convient d'insister sur ce fait : qu'en se servant de l'extrait préparé à chaud il y a toujours une légère oxydation de la matière grasse, par conséquent une erreur dans les résultats.

TROISIÈME SOUS-GROUPE

PROCÉDÉS QUI CONSISTENT A EXTRAIRE LA MATIÈRE GRASSE DU LAIT PRIVÉ DE SON EAU AU CONTACT D'UNE SUBSTANCE ABSORBANTE

Dans le troisième sous-groupe, nous ne trouvons guère que le **procédé de M. Octave Lecomte.** Le principe en est le suivant : L'eau du lait, absorbée par du sulfate de soude anhydre, forme, avec ce dernier, une masse compacte et très dure ; cette masse ainsi obtenue est écrasée dans un mortier, puis, épuisée par un dissolvant approprié.

En voici la technique :

Dans un mortier, l'on met 20 gr. de sulfate de soude anhydre pulvérisé aussi finement que possible, on ajoute 10 c/m. cubes de lait, on triture de façon à obtenir une masse bien homogène et le mélange, placé sous une cloche de verre, est abandonné à la température du laboratoire pendant une heure. On prend alors un tube de verre effilé, long de 20 c/m., large de 3 c/m., muni à l'intérieur, vers sa pointe, d'un tampon de coton hydrophile recouvert de 2 à 3 grammes de sulfate de soude anhydre, le tout est lavé à l'éther. On introduit alors, en la tassant légèrement, la poudre obtenue, on nettoie le mortier à deux ou trois reprises avec du sulfate de soude anhydre. La poudre étant ainsi complètement introduite dans le tube à déplacement, on l'épuise par l'éther jusqu'à ce qu'une goutte de ce liquide ne tâche plus le papier à sa sortie. La solution éthérée est évaporée dans une capsule tarée, d'abord à la température du laboratoire, et finalement au bain-marie bouillant. L'augmentation du poids de la capsule donne le beurre des 10 c/m. cubes de lait ; en multipliant par 100, on a le beurre contenu dans un litre.

Dans cette opération, le sulfate de soude anhydre s'empare de l'eau contenue dans le lait pour former le sel cristallisé :

$$SO^4\,Na^2 + 10\,H^2\,O$$

or, le poids moléculaire de $SO^4\,Na^2$ est : 142 ; celui du sel à dix molécules d'eau est égal à 322 ; il en résulte qu'une molé-

cule gramme de $SO^4 Na^2$ anhydre absorbe 180 grammes d'eau, 20 grammes absorberont :

$$\frac{180 \times 20}{142} = 25 \text{ grammes.}$$

quantité bien supérieure à celle contenue dans 10 c/m. cubes de lait. On obtient ainsi une masse compacte formée de $SO^4 Na^2$ anhydre, de $SO^4 Na^2$ à dix molécules d'eau, des matières minérales du lait, de la caséine, du lactose et du beurre. Dans ce mélange, le $SO^4 Na^2$ anhydre en excès joue le rôle de matière inerte, divise la masse et favorise ainsi le rôle de dissolvant.

Comme matière absorbante, le sulfate de soude anhydre semble réaliser toutes les conditions désirables ; en effet, la quantité d'eau qu'il peut absorber est considérable et, d'autre part, ce sel absolument neutre ne modifie nullement la composition du lait.

Cependant, il nous a semblé intéressant de remplacer le sulfate de soude par le Kieselguhr, matière très absorbante et d'un emploi très courant dans l'industrie. Les quelques essais que nous avons effectués, nous ont donné des résultats très satisfaisants, nous nous proposons d'étudier plus tard cette méthode dans tous ses détails.

Lorsque le lait est un peu ancien et qu'il a subi par conséquent un commencement de fermentation, il est nécessaire d'ajouter au sulfate de soude quelques grammes de carbonate de chaux, afin de neutraliser l'acide lactique soluble dans l'éther.

La méthode de M. Lecomte présente quelques-uns des inconvénients que nous avons déjà signalés à propos des méthodes précédentes :

Difficulté de pulvérisation de la masse très dure et très compacte ; impossibilité presque absolue de la détacher du mortier ; formation de fissures, dans cette masse une fois tassée dans l'appareil à épuisement.

Nous allons, dans les tableaux qui suivent, donner quelques résultats obtenus avec un lait naturel, puis, avec ce même lait coupé d'un égal volume d'eau lactosée (densité 1,030).

Lait naturel

34 gr. 12	33 gr. 6	34 gr. 5	34 gr. 4

Lait + égal volume d'eau lactosée (densité 1,030).

16 gr. 9 17 gr. 5 16 gr. 8 17 gr. 3

La divergence entre les chiffres extrêmes est de 0,9.

Un autre procédé sur lequel nous ne nous attarderons pas, parce que les résultats qu'il donne ne sont guère comparables entre eux, consiste à faire absorber le lait par des lanières de papier.

Ces lanières sont d'abord dégraissées à l'éther, puis à l'alcool ; on les imbibe ensuite avec environ 5 grammes de lait, en faisant écouler celui-ci au moyen d'une pipette. Le poids exact du lait est obtenu en pesant, avant et après, le flacon qui le renferme avec la pipette. On tient le paquet de lanières par une extrémité, avec les doigts bien secs, puis on le pose sur un verre, l'extrémité sèche étant seule appuyée sur ce verre ; on fait sécher le tout pendant une heure à 100°, puis, on le transporte dans un appareil à épuisement, où l'on dissoudra le beurre avec de l'éther ou de l'éther de pétrole bouillant à 45° environ. Le beurre desséché dans un courant d'hydrogène est pesé. Ce procédé n'a rien de recommandable, le pouvoir absorbant des lanières de papier est bien inférieur à celui du sulfate de soude anhydre, l'épuisement à l'éther n'est jamais complet dans les conditions indiquées et la dessiccation à 100° est à rejeter.

QUATRIÈME SOUS-GROUPE

PROCÉDÉS QUI CONSISTENT A ENTRAINER LA MATIÈRE GRASSE DANS UN COAGULUM DE CASÉINE

Ce sont :

1° Procédé Villiers et Collin ;

2° Procédé officiel français.

On sait, depuis très longtemps, que la caséine en se coagulant entraîne la totalité de la matière grasse ; il est évident que cette particularité devait frapper l'attention des chimistes et leur suggérer de nouveaux procédés de dosages. Si donc, on produit

dans un lait la coagulation de la caséine et que l'on recueille sur un filtre ce coagulum, on est certain d'avoir là toute la matière grasse du lait; il suffit alors d'épuiser cette masse par un dissolvant approprié. L'avantage considérable de cette méthode est d'éliminer ainsi le *lactose* qui constitue, dans les méthodes du groupe précédent, un gros inconvénient. Mais, par contre, la difficulté ici est de trouver un réactif qui produise une coagulation complète. Pour le lait de vache, l'acide acétique semble réaliser la plupart des conditions voulues, il convient d'employer ce réactif en petites quantités. Dans le lait de femme, l'acide acétique ne réussit pas du tout ; il faut donc avoir recours à un autre réactif, c'est pour cette raison, que l'on a proposé, pour provoquer cette coagulation, tantôt l'acide acétique, tantôt l'acide trichloro-acétique, l'acide métaphosphorique et même l'acide chlorhydrique. Une fois le coagulum obtenu, il faut éliminer rapidement l'eau qui se trouve fixée sur la caséine, car ce serait un obstacle pour l'épuisement de la matière grasse. Il ne faut pas songer ici à chasser cette eau par l'évaporation, la masse prendrait un aspect vernissé et deviendrait dure comme de la corne, il serait alors absolument vain de vouloir songer à l'attaquer par l'éther ou par tout autre dissolvant ; il faut donc enlever l'eau ainsi retenue par un déshydratant, tel que l'alcool, employé en très faible quantité ; et, ceci fait, il est nécessaire d'épuiser immédiatement dans un Soxhlet le coagulum ainsi obtenu sans le détacher du filtre.

Dans ces conditions, si la coagulation a été obtenue d'une façon parfaite, et si l'épuisement a été effectué d'une façon également parfaite, on est à peu près sûr d'avoir ainsi d'excellents résultats. Les conditions à réaliser sont donc : trouver un réactif capable de coaguler complètement la caséine ; imaginer un dispositif qui permette d'obtenir un épuisement complet. C'est sur ces deux points que s'est surtout portée l'attention des chimistes.

Le premier procédé qu'il convient d'indiquer dans cette catégorie est celui de **MM. Villiers et Colin,** dont la technique a été décrite d'une façon très précise par ces deux auteurs, dans les termes suivants :

« Conformément à la pratique usitée au Laboratoire muni-
« cipal, c'est du coagulum obtenu par l'action de l'acide acétique
« dilué que nous retirons le beurre contenu dans le lait. La

« coagulation s'effectue dans le filtre même, ce filtre est disposé « dans un entonnoir au bas duquel on a adapté un bout de tube « de caoutchouc serré avec une pince de Mohr. On y verse « 90 c/m. cubes d'acide acétique dilué préparé en ajoutant 2 c/m. « cubes d'acide acétique dans 1,000 gr. d'eau, puis on fait écou- « ler lentement dans la liqueur, avec une pipette jaugée pour « le lait, 10 c/m. cubes de lait prélevé dans l'échantillon rendu « homogène par l'agitation. On attend quelques minutes pour « que la coagulation soit bien complète, puis on filtre en enle- « vant la pince de Mohr. Le filtre égoutté qui retient la caséine « et le beurre est retiré de l'entonnoir, étendu sur un papier « buvard; on le laisse sécher à l'air libre à la température ordi- « naire en l'abandonnant jusqu'au lendemain. On l'introduit « alors dans un appareil à épuisement; le plus simple et le moins « coûteux de ces appareils consiste en un tube cylindrique soudé « à un petit tube plus étroit, que l'on peut ajuster par la partie « supérieure à un réfrigérant ascendant, et, par la partie infé- « rieure à un petit vase conique en verre de Bohème que l'on a « taré et dans lequel on a introduit environ 50 c/m. cubes « d'éther.

« On chauffe l'éther assez doucement, pour qu'après s'être « condensé dans le réfrigérant il retombe goutte à goutte dans « la partie supérieure du filtre. L'épuisement se fait ainsi d'une « manière complète en quatre ou cinq heures. On distille alors « la plus grande partie de l'éther et on évapore le reste au « bain-marie puis on achève de dessécher à l'étuve jusqu'à poids « constant. On peut encore terminer l'opération dans le vide « au-dessus de l'acide sulfurique. »

En opérant ainsi, on ne coagule pas la totalité des matières albuminoïdes ; une partie plus ou moins grande, variable surtout avec les conditions de dilution, reste dans le petit lait, mais la totalité des globules gras est entraînée avec la caséine. Il est, en effet, facile de s'assurer que le petit lait ne renferme aucune parcelle de matière grasse en l'évaporant et en le soumettant à des épuisements répétés.

Les auteurs ont la précaution d'opérer la coagulation directement dans le filtre, ce n'est pas là une précaution inutile ; si, en effet, on effectue la coagulation dans un vase, la caséine adhère fortement aux parois du vase, il est très difficile de l'en détacher complètement et cela d'autant plus, qu'on laisse séjourner plus longtemps le coagulum dans le récipient.

On doit peut-être reprocher à ce procédé de ne pas prescrire le lavage du coagulum ; de ce fait, quelques erreurs peuvent se produire dans les résultats. Une autre défectuosité est de laisser

ce coagulum de caséine et de beurre sécher à l'air libre pendant près de vingt-quatre heures ; dans nos climats, ce temps est suffisant pour produire une oxydation de la matière grasse, et pour amener une dessiccation complète de la masse qui prend alors l'aspect d'un verni et qui, comme nous l'avons déjà signalé, ne se laissera plus attaquer par les dissolvants choisis.

Il serait donc à souhaiter que la dessiccation fut effectuée dans un milieu inerte, tel que l'hydrogène. En outre, il peut arriver que, dans l'épuisement, toute la masse ne soit pas atteinte par les dissolvants, la surface présentée à celui-ci n'étant pas suffisamment grande ; il serait donc préférable de multiplier les surfaces en écrasant, par exemple, le filtre et son contenu avec du sable et en plaçant le tout dans un Soxhlet. Néanmoins, ce procédé, tel qu'il est décrit par ses auteurs, donne avec un même lait des résultats très comparables, ce qui prouve que l'erreur annoncée est toujours de même sens et de même ordre de grandeur que les divergences obtenues comparativement avec d'autres procédés. Dans le tableau suivant, nous donnons quelques résultats obtenus avec un même lait :

1° Lait naturel :

37 gr. 7 38 gr. 12 36 gr. 8 37 gr. 5

2° Lait additionné d'un égal volume d'eau lactosée (densité 1,030) :

18 gr. 6 18 gr. 9 18 gr. 1 18 gr. 32

M. Bordas a indiqué une méthode sur le même principe, laquelle a été adoptée par le Gouvernement français. Cette méthode est donc, actuellement, la **Méthode officielle de la Répression des Fraudes.**

Suivant que le laboratoire dispose ou non d'un appareil à centrifugation, on emploie l'une ou l'autre des deux techniques que nous allons décrire.

Les réactifs sont :

Alcool à 65° acidifié au 1.000e par de l'acide acétique.
Alcool à 50/55°.
Alcool à 95°.
Éther à 65°.

1° Placer 25 c/m. cubes d'alcool acidifié dans le tube taré d'un centrifugeur ; mesurer exactement 10 c/m. cubes de lait et les verser goutte à goutte dans le réactif précédent, en évitant autant que possible de remuer le mélange ;

2° Centrifuger pendant une minute environ. Une fois l'appareil arrêté, boucher le tube du centrifugeur et le retourner pendant quatre à cinq fois, sans agitation brusque, de manière à obtenir un mélange homogène ; abandonner le tout au repos pendant un quart d'heure environ ;

3° Centrifuger à nouveau et décanter de suite le liquide clair dans une fiole jaugée de 100 c/m. cubes ;

4° Laver le coagulum attaché au fond du tube en le délayant avec l'agitateur dans 25 c/m. cubes d'alcool à 50/55°.

5° Centrifuger et décanter le liquide ;

6° Délayer avec l'agitateur le coagulum contenu dans le tube du centrifugeur dans un mélange de 10 c/m. cubes d'alcool et 20 c/m. cubes d'éther ;

7° Centrifuger et décanter le liquide éthéro-alcoolique dans un ballon taré ;

8° Laver l'insoluble contenu dans le tube avec 20 c/m. cubes d'éther, en remuant le mélange avec l'agitateur ;

9° Centrifuger, et décanter de nouveau l'éther dans le ballon qui contient déjà les liquides éthéro-alcooliques précédents ;

10° Chasser par distillation l'éther et l'alcool du ballon.

Le beurre qui reste est désséché à 100°. Peser le ballon, la différence avec son poids primitif donne la quantité de beurre pour 10 c/m. cubes de lait.

Le procédé sans centrifugation emploie encore comme réactif l'alcool à 65° acidifié au 1000e, par l'acide acétique, de l'alcool à 35°, de l'alcool à 95° et de l'éther à 65° ; mais l'alcool à 50/55° est remplacé par l'alcool à 35°.

Le *modus faciendi* est le suivant :

1° Placer dans un vase à précipité 25 c/m. cubes d'alcool acidifié, mesurer exactement 4 c/m. cubes de lait, les verser dans le réactif précédent, goutte à goutte, en agitant au fur et à mesure le mélange ;

2° Après un quart d'heure de repos, filtrer le coagulum formé sur un filtre taré de 11 c/m. de diamètre, humecté préalablement avec de l'alcool ; recueillir le liquide filtré dans une fiole de 100 c/m. cubes ;

3° Lorsque le précipité est égoutté, laver le vase à précipité à trois reprises différentes avec 10 c/m. cubes d'alcool à 35° ; verser chaque fois le liquide alcoolique sur le filtre en ayant soin de laisser égoutter celui-ci après chaque lavage ;

4° Terminer en lavant le filtre avec 10 c/m. cubes d'alcool à 35° ;

5° Essorer entre des doubles de papier buvard, les filtres contenant le coagulum et l'introduire dans un Soxhlet ;

6° Verser sur le filtre 10 c/m. cubes d'alcool à 95°, en laissant le papier s'humecter un instant ;

7° Mettre, dans le petit ballon taré de l'appareil, 40 c/m. cubes d'éther et effectuer l'épuisement, comme de coutume, en chauffant l'éther dans un bain d'eau à 40 degrés ;

8° L'épuisement terminé, détacher le ballon de l'appareil et, évaporer le solvant, peser ce ballon ; la différence avec son poids primitif donne la quantité de beurre de 10 c/m. cubes de lait.

Telle est la méthode officielle française, publiée par le *Journal Officiel* du 9 mars 1907.

..... La méthode par centrifugation, est évidemment très longue et très pénible ; la deuxième méthode est peut-être plus rapide, mais, on est bien obligé de reconnaître que, pour une méthode officielle, elle n'en laisse pas moins un grand nombre de points obscurs.

Si les réactifs employés paraissent avoir été heureusement choisis, il n'en reste pas moins vrai que l'on ne tient aucun compte de la température ; il serait sage d'effectuer la mesure des réactifs et du lait à une température bien déterminée, très facile à réaliser, telle que celle de +15°.

D'autre part, le mode d'épuisement est loin de réaliser toutes les conditions désirables ; il est bien évident que toute la masse n'est pas atteinte par le dissolvant, d'autant plus que la prescription officielle laisse le chimiste absolument libre de

poursuivre la lixiviation pendant le temps qu'il jugera convenable.

La coagulation dans un vase est une erreur que nous avons déjà signalée ; il est impossible d'en détacher ensuite le coagulum qui adhère à ses parois. D'où, une source d'erreurs dont la grandeur et le sens varie avec chaque opérateur.

La dessiccation à 100° est également dangereuse ; comme nous l'avons déjà dit, à cette température, la matière grasse subit un commencement d'oxydation. Ce sont là, des imperfections qu'il est vraiment regrettable d'avoir à signaler dans une méthode officielle.

Les résultats obtenus, en appliquant cette méthode, sont loin d'être toujours comparables entre eux, ainsi que nous le constatons par les expériences suivantes :

Lait naturel. — Épuisement pendant 1 heure. 32 gr. 3.

Même lait. — Épuisement pendant 4 heures, 35 gr. 4.

Même lait. — Le coagulum est abandonné pendant une demi-heure ; il reste après les parois du récipient des parcelles de coagulum que nous ne parvenons pas à détacher. Épuisement pendant 4 heures, 33 gr. 9.

Même lait. — Le coagulum est abandonné à lui-même pendant vingt-quatre heures, il est devenu assez dur. Épuisement pendant quatre heures, 29 gr. 7.

En résumé, il nous paraîtrait convenable, comme nous l'avons déjà dit à propos du procédé Villiers-Colin, d'écraser le filtre et son contenu avec un excès de sable, de façon à présenter au dissolvant le maximum de surface ; on obtient alors des résultats d'une concordance remarquable, à la condition toutefois que la lixiviation soit continuée pendant quatre ou cinq heures.

Il serait à souhaiter, que le procédé officiel fut modifié dans ce sens ; cela éviterait ainsi les contestations qui s'élèvent entre experts, qui affirment cependant, avoir appliqué, dans toute sa rigueur la méthode officielle. Malheureusement, la méthode n'est pas rigoureuse dans ses prescriptions et trop de points sont laissés à l'arbitraire du chimiste chargé de l'appliquer.

Nous signalerons également pour mémoire un procédé publié dans le *Journal de Pharmacie et de Chimie* de 1897 (p. 485), fondé sur la propriété de la caséine de se précipiter en entraînant la matière grasse en présence des acides étendus et d'un excès de sels de chaux solubles. L'auteur emploie l'acide acétique et une solution de phosphate de chaux préparée extemporamément, et il affirme pouvoir ainsi précipiter toutes les différentes variétés de caséines que l'on peut rencontrer dans les différents laits. Ce point serait à vérifier ; en tout cas, cette méthode ne présente aucun avantage particulier sur les précédentes.

DEUXIÈME GROUPE

Les procédés du deuxième groupe reposent sur la dissolution de la caséine, soit dans un acide, soit dans un alcali ; la matière grasse se sépare, il reste à l'enlever au moyen d'un dissolvant approprié.

Il est à craindre ici que l'acide ou l'alcali n'exerce une action fâcheuse, décomposante et même saponifiante sur le beurre.

Un certain nombre de procédés fondés sur ces principes ont été proposés comme donnant, d'après leurs auteurs, des résultats rapides et d'une exactitude remarquable.

Nous allons d'abord décrire le procédé proposé par **M. Soxhlet** :

Lorsqu'on agite ensemble des quantités déterminées de lait, de solution de potasse et d'éther, le beurre se dissout complètement dans l'éther et se rassemble à la surface, sous forme d'un liquide parfaitement transparent.

Une petite portion d'éther, ne contenant pas de graisse, reste dissous dans la couche sous-jacente. Cette portion d'éther est très constante dans certaines limites. Le reste de l'éther forme, avec le beurre, une solution d'autant plus concentrée, que celui-ci est plus abondant dans le lait. Le degré de concentration de cette solution, et par suite, la quantité de beurre qu'elle renferme, peut s'obtenir au moyen de la densité, et cela aussi exactement qu'on peut le reconnaître, d'après la quantité d'eau contenue dans l'alcool, en se servant de l'alcoomètre, car, entre les densités du beurre et de l'éther, la différence est aussi grande qu'entre celle de l'eau et de l'alcool.

Disposition nécessaire pour l'exécution de la méthode.

1° Un appareil pour la recherche de la densité, plus trois tubes gradués, pour mesurer la potasse et l'éther et plusieurs bouteilles pour agiter ;

2° Une solution de potasse d'une densité de 1,26 à 1,27. On la prépare en dissolvant 400 grammes de potasse caustique dans un demi-litre d'eau, en ajoutant ensuite de l'eau jusqu'au litre après le refroidissement ; ou bien on met en contact 400 grammes de potasse caustique avec 870 grammes d'eau ;

3° De l'éther aqueux (saturé d'eau). On agite vigoureusement et à plusieurs reprises de l'éther du commerce avec 0,1 ou 0,2 de son volume d'eau ;

4° De l'éther ordinaire ;

5° Un vase d'au moins 4 litres de capacité, contenant de l'eau qu'il faut porter à une température de 17/18° centigrades. Si l'on veut faire plusieurs essais à la fois, le vase doit être plus grand.

Suivant que la température de la pièce est élevée ou basse, on prend pour température initiale 17° ou 18° centigrades.

Mode d'exécution.

Agiter le lait à froid, l'amener à la température de 17°5 centigrades en le chauffant ou en le refroidissant.

Mesurer 200 c/m. cubes de ce lait en l'aspirant dans la grande pipette, jusqu'au trait dont elle est marquée, faire couler cette quantité dans une des bouteilles de 300 c/m. cubes de capacité et souffler dans la pipette afin de la vider complètement.

Mesurer de même 10 c/m. cubes de cette solution de potasse avec la petite pipette, verser le lait, agiter avec soin et ajouter 60 c/m. cubes d'éther aqueux, mesurés à l'aide de la pipette correspondante. Au moment où on le mesure, l'éther doit avoir une température de 16°5-18°5 centigrades.

La bouteille ayant été fermée avec un bouchon de liège ou mieux de caoutchouc, l'agiter vigoureusement pendant une demi-minute et la placer dans le vase contenant de l'eau à 17°-18° ; agiter très doucement pendant un quart d'heure, en donnant trois ou quatre secousses dans la direction verticale et la laisser

reposer un quart d'heure ; au bout de ce temps, une couche transparente s'est rassemblée à la partie supérieure de la bouteille. Accélérer la formation de cette couche, en imprimant vers la fin un léger mouvement de rotation au liquide. Il est indifférent que tout le beurre se soit réuni à la surface ou une partie seulement, pourvu qu'il y en ait suffisamment pour que l'aréomètre puisse surnager. La solution doit être parfaitement limpide. Lorsque le lait est très riche en beurre, la séparation dure plus d'un quart d'heure, quelquefois, mais exceptionnellement, une ou deux heures.

Dans ce cas, il est bon de coucher horizontalement les bouteilles. Les gouttelettes adipeuses ont alors moins de chemin à faire pour arriver à la surface ce qui favorise d'autant la formation de la couche. En redressant les bouteilles, on aura soin de leur imprimer un léger mouvement de rotation.

Pour l'intelligence des manipulations, nous allons décrire l'appareil destiné à déterminer la densité de la solution graisseuse.

Sur un pied vertical est fixé un support servant à maintenir un tube réfrigérant aux orifices d'écoulement duquel sont adaptés de courts tubes de caoutchouc. Ce support peut glisser le long du pied vertical au moyen d'un anneau ; il est, en outre, mobile autour d'un axe horizontal, de sorte que le tube réfrigérant puisse prendre une position horizontale.

Au centre du tube réfrigérant se trouve un tube de verre, plus large de 2 millimètres que le flotteur de l'aréomètre qu'il est destiné à recevoir ; il porte fixé au fond, trois pointes dirigées en dedans, afin d'empêcher l'obstruction par l'aréomètre. L'orifice de ce tube peut être bouché par un liège. L'aréomètre porte sur la tige une échelle où sont marqués des degrés depuis 66 jusqu'à 43, qui correspondent aux densités de 0,776 à 0,742 à 17°5 centigrades. Les degrés sont divisés en demis par des traits plus courts. Dans le flotteur de l'aréomètre se trouve un thermomètre divisé en cinquièmes de degrés, d'après l'échelle centigrade, et sur lequel on peut lire jusqu'au dixième de degré. A la partie rétrécie du tube intérieur qui traverse le fond du réfrigérant est fixé, par l'intermédiaire d'un tube de caoutchouc, un autre tube de verre recourbé à angle droit. Ce tube s'engage dans un bouchon perforé que traverse aussi un second tube recourbé. Le tube de caoutchouc peut être comprimé à l'aide d'une vis de pression.

Le pied vertical porte, en même temps les trois tubes pour mesurer le lait, la potasse et l'éther.

Manuel opératoire.

On plonge dans le vase rempli d'eau le tube de caoutchouc fixé au tube d'écoulement latéral inférieur du réfrigérant ; on aspire par le tube de caoutchouc supérieur jusqu'à ce que l'intervalle laissé par l'éprouvette se remplisse d'eau, puis on ferme en réunissant les bouts des deux tubes au moyen d'un tube en verre. On retire le bouchon de la bouteille à agiter, on remplace par un bouchon de liège et on enfonce le long du tube recourbé de manière que son extrémité arrive près de la limite de la couche d'éther. Après avoir introduit le petit soufflet en caoutchouc dans le deuxième tube recourbé, et soulevé le bouchon du tube intérieur, on desserre la vis de pression et l'on presse très doucement un ballon de caoutchouc *ad hoc*. La solution adipeuse monte dans le tube destiné à recevoir l'aréomètre et soulève ce dernier : dès que celui-ci flotte, on serre la vis de pression et on enfonce le bouchon du tube intérieur, pour éviter l'évaporation de l'éther.

On attend une ou deux minutes pour laisser la température devenir uniforme, et on lit le niveau sur l'échelle graduée. Pour faire cette lecture, on amènera autant que possible l'instrument au centre du liquide, en inclinant convenablement le tube réfrigérant. On lit le degré qui coïncide avec la partie moyenne de la couche inférieure du ménisque. On obtient ainsi facilement des cinquièmes de demi-degré ou dixièmes de degré.

La densité changeant avec la température, il faut tenir compte ici de la température de la solution de l'éther. A cet effet, on observe le thermomètre qui se trouve dans le flotteur un peu avant ou après la lecture du degré de l'aréomètre. Si la température est de 17°5, l'indication de l'aréomètre est exacte, dans le cas contraire, il faut ramener la densité observée à celle qui correspond à 17°5, ce qui se fait facilement. Pour chaque degré au-dessus de 17°5, on ajoute un degré au nombre marqué par l'aréomètre ; pour chaque degré au-dessous, on diminue de un degré.

Exemple. — On lit 58°9 à 16°8 centigrades : nombre de degrés véritables, 58°2 ; on lit 47°6 à 18°4 : degrés rapportés à la température normale, 48°5. La température de l'eau réfrigérante doit

osciller entre 16°5 et 18°5. La densité de 17°5 étant connue, on trouve directement, au moyen d'une table, la proportion de beurre exprimée en centièmes du poids du lait.

L'essai terminé, il s'agit de mettre l'appareil en état de pouvoir servir à l'essai suivant :

On retire le bouchon de liège de la bouteille à agiter et on y fait refluer la solution adipeuse. On remplit le tube intérieur avec de l'éther ordinaire, qu'on laisse écouler également, puis on dessèche toutes les parties de l'appareil en y envoyant un fort courant d'air, à l'aide d'un soufflet de caoutchouc fixé à la longue branche du premier tube coudé. Pendant cette opération, on incline le réfrigérant en tous sens, afin de déplacer le flotteur. Toute la recherche de la densité, y compris le nettoyage de l'appareil, dure à peine cinq minutes. Par ce mode de nettoyage, on prévient l'objection de la fragilité de l'aréomètre ; car, on n'a jamais besoin de le retirer de l'appareil. Pour introduire l'aréomètre une première fois, on remplit le tube intérieur aux trois-quarts avec de l'éther, on y place l'instrument, puis on procède comme pour le nettoyage.

Le beurre exigeant une demi-heure pour se déposer, un essai ne peut être terminé avant quarante ou quarante-cinq minutes ; néanmoins, on peut exécuter cinq essais en une heure, si on les entreprend simultanément. Cette méthode est très expéditive.

Pour l'exactitude des résultats, il est indispensable que l'aréomètre soit juste et que le thermomètre du flotteur soit exact à 0,1 près,au moins pour la température de 16°5 à 18°5 centigrades.

Il nous a été impossible d'essayer cette méthode n'ayant pas à notre disposition l'appareil de M. Soxhlet.

Cette méthode a été longtemps considérée comme classique en Suisse et en Allemagne. Cependant, depuis quelques années, elle semble avoir complètement perdu le prestige dont elle jouissait; nous rapporterons simplement l'opinion de M. J. Von Haarst dans le *Zeitschrifft an gew. Chemie,* 1903, page 773, qui affirme que cette méthode ne devrait plus servir de méthode officielle, car elle donne, dit-il, des résultats très sensiblement différents de ceux de l'analyse pondérale.

Il est d'ailleurs bien évident que l'emploi d'une solution de soude, même au titre indiqué par M. Soxhlet, n'est pas sans exercer une action saponifiante sur la matière grasse. D'autre part, se fonder sur la densité d'une solution éthéro-butyreuse

pour en déduire la richesse en beurre d'un lait, nous paraît très aléatoire.

M. Fouard utilise, comme M. Soxhlet, l'action de la soude pour solubiliser la caséine ; l'appareil qu'il emploie est un ballon de verre portant un col sur lequel est tracé une graduation donnant le taux du beurre.

Introduire dans le butyromètre 20 c/m. cubes de lait avec 10 c/m. cubes de liquide alcalin, agiter vivement jusqu'à l'homogénéité parfaite du mélange, plonger alors le tube dans un bain-marie dont l'eau est déjà tiède, et continuer de chauffer sans précautions spéciales.

Il est absolument nécessaire de secouer constamment le tube pendant toute la durée du chauffage. Le liquide prend bientôt une teinte jaune superficielle qui, par agitation, se répand dans toute la masse, cette teinte s'accentue peu à peu vers le rouge brun et lorsqu'elle a atteint, au bout de quelques minutes, le rouge cerise clair, on peut voir à la surface du liquide flotter un anneau oléagineux de beurre fondu ; cesser alors d'agiter et maintenir pendant une à deux minutes le tube verticalement dans le bain-marie, en lui imprimant seulement dans les mains un lent mouvement de rotation.

Il suffit alors de verser avec un jet de pissette, aussi lent que possible, de l'eau chaude dans le tube, en dirigeant le jet sur les parois, afin d'éviter de briser la masse de beurre agglomérée, verser doucement jusqu'à amener le niveau supérieur du beurre fondu en haut de la colonne cylindrique, laisser pendant quelques minutes la matière grasse en fusion se rassembler dans la tige graduée, puis laisser refroidir le tube, jusqu'à ce que la colonne de matière grasse prenne un aspect légèrement opalescent : on voit, à ce moment, monter dans le tube des bulles de liquide clair, que leur transparence rend parfaitement distinctes du beurre séparé préalablement, c'est de l'alcool amylique, provenant du réactif et dont l'émulsion se détruit peu à peu ; il n'y a pas à s'en préoccuper.

Il suffit de faire la lecture du nombre de petites divisions du tube comprises entre les ménisques supérieur et inférieur de la colonne opalescente du beurre ; ce nombre indique immédiatement la quantité de beurre en grammes par litre de lait.

On utilise une solution alcaline dont la composition est la suivante :

Dissoudre 10 grammes de potasse caustique dans 50 c/m. cubes d'alcool à 95°, ajouter 15 c/m. cubes d'alcool amylique, compléter à 100 c/m. cubes avec de l'ammoniaque pure du commerce.

Cette méthode donne d'excellents résultats, même pour la détermination relative aux laits stérilisés et aux laits concentrés.

Dans le premier cas, la caséine de ces laits est plus difficilement attaquable ; la chauffe avec agitation continuelle doit être poursuivie moins rapidement que dans le cas d'un lait normal et, par suite, plus prolongée. Dans le deuxième cas, il suffit d'étendre un certain volume de ce lait de cinq à six fois son volume d'eau distillée ; agiter jusqu'à l'homogénéité parfaite et chauffer en prenant la même précaution que pour les laits stérilisés.

Dans cette méthode, la durée totale d'une analyse est d'environ quinze minutes, et le tube butyromètre employé est d'une construction présentant le minimum de construction d'un appareil à mesure volumétrique.

On peut adresser à ce procédé les mêmes reproches que ceux que nous avons formulés à propos de la méthode Soxhlet. En outre, apprécier la richesse du beurre d'un lait en mesurant le volume d'une colonne butyreuse est une défectuosité sur laquelle nous avons attiré maintes fois l'attention dans ce travail.

Tandis que les procédés précédents utilisent un alcali pour détruire la caséine, les méthodes de M. Gerber, de M. Quesneville et de Schmidt-Boudzinski ont, au contraire, recours à un acide ; les unes emploient l'acide chlorhydrique, les autres l'acide sulfurique.

Nous allons rapidement indiquer la technique de ces deux méthodes.

Dans le **procédé Quesneville** on opère de la facon suivante :

A 250 c/m. cubes de lait placé dans un ballon de verre, ajouter par petites portions et en agitant, 4 c/m. cubes du réactif ci-après :

Lessive des savonniers de D. — 1,34 à + 15°. 32 c/m. cubes
Ammoniaque de D. — 0,93 à + 15 ..... 132 c/m. cubes

Mélanger et amener le mélange à la densité de 1,000 à + 15°, par tâtonnements, en ajoutant soit de l'ammoniaque, soit de la

lessive de soude. Porter ensuite au bain-marie jusqu'à ce que le lait ait atteint la température de 40°. On retire alors le ballon et on transvase la totalité du liquide dans une ampoule de verre à robinet et on l'abandonne vingt-quatre heures. La crème surnage un liquide jaune opalescent constituant le lactoserum, soutirer ce dernier avec précautions et goutte à goutte pour éviter l'entraînement de la crème.

Sur la crème, verser 12 c/m. cubes d'acide chlorydrique du commerce, boucher l'ampoule et agiter vigoureusement : le liquide ne tarde pas à devenir relativement clair ; verser de nouveau dans l'ampoule 60 c/m. cubes d'acide chlorydrique et l'abandonner au repos pendant vingt-quatre heures ; soutirer très lentement la solution acide que renferme la caséine.

Tarer alors dans une capsule de 250 c/m. cubes un filtre et un quart de feuille de papier à filtrer, le tout préalablement desséché pendant vingt-quatre heures à l'étuve.

Dans l'ampoule contenant le beurre, verser de l'eau très chaude, agiter et recueillir le tout dans la capsule tarée, ajouter encore dans la capsule l'eau d'un second lavage de l'ampoule. Après refroidissement, filtrer ; au moyen d'une spatule d'acier étendre alors la matière grasse solidifiée sur le quart de feuille de papier à filtrer ; essuyer la spatule contre le papier, fermer la feuille de manière que toute la matière grasse soit en contact avec le papier et obligée, en fondant, de filtrer à travers celui-ci ; mettre le filtre et le papier dans la capsule, puis le tout à l'étuve ; au bout de vingt-quatre heures peser ; l'augmentation de poids sur la tare primitive donne le poids de la matière grasse complètement desséchée.

On augmentera le poids trouvé de 1 gr. 10 par litre de lait.

MM. Schmidt et Boudzinski ont préconisé un procédé que nous allons décrire :

L'appareil se compose de deux boules reliées par un tube gradué ; l'une des boules est surmontée d'un deuxième tube également gradué. Tubes et boules ont le même axe.

Dans la boule inférieure de l'appareil, on introduit 10 c/m. cubes du lait à essayer, plus 10 c/m. d'acide chlorhydrique concentré. On chauffe le mélange, sans cesser d'agiter, sur une toile métallique avec une petite flamme jusqu'à coloration rougeâtre ou brun café.

On a soin que le mélange ne présente ni grumeaux ni écume. L'opération dure de une à deux minutes. On refroidit, vers 40°, sous un filet d'eau.

On introduit alors une quantité quelconque d'éther, par exemple jusqu'à la division 56 de l'appareil, de l'éther que l'on vient de laver avec de l'eau. On bouche soigneusement l'appareil, on le retourne cinquante fois sur lui-même pour bien mélanger. L'appareil redressé est abandonné à lui-même jusqu'à clarification complète de la couche éthérée.

On lit alors le volume occupé par la solution éthérée, en ayant soin de faire la lecture au niveau des ménisques supérieur et inférieur. On retire à l'aide d'une pipette 20 c/m. cubes de solution éthérée que l'on verse dans une fiole d'Erlenmeyer, on évapore en laissant au bain-marie à 100° pendant une heure. Il suffit ensuite de déterminer par pesée l'augmentation de poids de la fiole, et un calcul élémentaire donne immédiatement la proportion de beurre par litre de lait.

Nous allons examiner maintenant la **méthode de Gerber**.

Cette méthode repose sur la dissolution de la caséine dans l'acide sulfurique et l'emploi de la force centrifuge pour la séparation de la matière grasse.

L'appareil acido-butyromètre nécessaire est un flacon spécial avec un col très long, gradué, portant 80 dimensions, de gros traits tous les 10. Chaque division indique un gramme de beurre par litre de lait. Le réservoir cylindrique porte un col cannelé dans lequel on peut fixer un long bouchon en caoutchouc.

On fait usage des réactifs suivants :

1° Acide sulfurique limpide du poids spécifique de 1,820-1,825 à + 15° ;

2° Alcool amylique du poids spécifique de 0,815 à + 15°.

Point d'ébullition 128°-130° (1 c/m. cube mélangé dans le butyromètre avec 10 c/m. cubes d'acide sulfurique à 1,820 et 1 c/m. cube d'eau puis, centrifugé pendant deux à trois minutes, laissé au repos pendant vingt-quatre heures ne doit pas accuser de matière grasse, ce qui le rendrait inutilisable).

Le mode opératoire est le suivant :

1° Mesurer au moyen d'une pipette à boule 10 c/m. cubes d'acide sulfurique, les introduire dans le butyromètre ;

2° Ajouter ensuite 11 c/m. cubes de lait, en ayant soin de le laisser couler le long des parois et pour cela appuyer l'extrémité de la pipette contre le col du butyromètre. Il faut donc bien se garder de verser le lait brusquement dans le butyromètre, pour éviter un échauffement trop rapide produit par le mélange des liquides, éviter d'agiter l'appareil ;

3° Mesurer enfin à la pipette ou à la burette 1 c/m. cube d'alcool amylique ;

4° Boucher solidement l'appareil avec un bouchon de caoutchouc ;

5° Agiter rapidement, en ayant soin de tenir un doigt sur le bouchon ; le lait ne tarde pas à se dissoudre ; une coloration caractéristique se produit avec un dégagement de chaleur. La dissolution une fois terminée, on retourne l'instrument plusieurs fois pour bien mélanger le liquide.

Le butyromètre est placé un instant, le bouchon tourné vers le bas, jamais plus de quinze minutes, dans un bain-marie chauffé à 60-70° et soumis ensuite à l'action centrifuge. On ne doit pas oublier, avant de centrifuger, de régler avec le bouchon le niveau de la couche de graisse, qui doit dépasser un peu, si possible, le 0 de l'échelle graduée.

Placer le butyromètre encore chaud entre les deux agrafes d'un plateau métallique circulaire pouvant recevoir, quatre, six ou huit appareils, les bouchons des butyromètres étant tournés vers la périphérie, centrifuger. La matière grasse vient se réunir dans le tube gradué, on retire le butyromètre après trois minutes de centrifugation, on le porte au bain-marie, et, lorsqu'il est en équilibre de température, on fait la lecture des divisions occupées par le beurre.

En manœuvrant le bouchon, il est facile d'amener la surface de séparation des liquides au zéro, soit à une division chiffrée ; ce qui facilite la lecture.

Les deux méthodes précédentes sont décrites par leurs auteurs, comme nous venons de le voir, dans leurs moindres détails. Néanmoins, elles ne sont pas exemptes de reproches ; outre qu'elles sont déjà d'une exécution longue et pénible, malgré la précision extrême des détails opératoires, on ne peut guère son-

ger à obtenir, par leur application, des résultats d'une grande exactitude.

C'est ainsi que, dans la méthode Gerber, l'acide sulfurique exerce une action décomposante sur le beurre. Il arrive souvent que la couche de graisse prend une coloration brune et même violette ; il se produit aussi, parfois, sur la couche de graisse une mince pellicule, dont la présence rend difficile la lecture des divisions.

Nous avons eu l'occasion d'appliquer maintes fois la méthode de M. Gerber, et nous avons pu constater que les résultats étaient souvent bien différents de ceux que nous avons obtenus en appliquant la méthode de M. Baumhauer, ou plus simplement encore celle de MM. Villiers et Collin, modifiée comme nous l'avons indiqué.

Quant à la méthode de M. Quesneville, elle nous semble peut-être plus défectueuse encore ; car, à l'action déjà nuisiblede l'alcali vient s'ajouter l'action non moins nuisible de l'acide chlorhydrique ; erreurs qui s'ajoutent.

En résumé, les procédés de ce groupe ne peuvent pas prétendre à nous donner des résultats d'une grande précision ; car, il ne faut pas oublier que le beurre, comme toutes les matières grasses, est formé par des éthers, substances éminemment sensibles à l'action de réactifs aussi violents que la soude ou l'acide chlorhydrique.

Ces procédés ne nous semblent donc pas devoir mériter l'engouement dont ils ont joui et dont ils jouissent encore dans certains laboratoires.

TROISIÈME GROUPE

Dans ce troisième groupe, nous allons examiner un certain nombre de procédés qui permettent, les uns, d'évaluer approximative la quantité de beurre qui a pu être soustraite à un lait ; les autres, de doser la matière grasse existante dans le lait.

1° *Procédés densimétriques.*

La densité d'une solution complexe est généralement une fonction linéaire des différents constituants Si l'un des constituants éprouve une variation, les autres demeurant fixes, la nouvelle valeur de la densité de la solution complexe exprime cette variation.

100 c/m. cubes de lait ayant une densité d à + 15° renferment un volume $v + x$ de matière grasse de densité δ, et un volume e, de matières en dissolution autres que le beurre, et dont la densité est d' ; le volume occupé par l'eau sera donc 100 c/m. cubes $- (v + x + e)$. On a par suite la relation :

$$(1) \quad 100\, d = e\, d' + (v + x)\, \delta + 100 - (e + v + x)$$

Si l'on soustrait à ce lait, le volume x de beurre, la densité du lait devient $d_1 > d$, et la relation précédente prend la forme :

$$(2) \quad (100 - x)\, d_1 = e\, d' + v\, \delta + 100 - (e + v + x)$$

En combinant (1) et (2), on a :

$$100\, (d_1 - d) = x\, (d_1 - \delta)$$

d'où :

$$x = 100\, \frac{d_1 - d}{d_1 - \delta}$$

Il suffit donc de prendre la densité du lait avant et après la soustraction du beurre pour pouvoir apprécier cette soustraction. Aussi, a-t-on cherché à utiliser cette méthode densimétrique; malheureusement, dans le cas de la fraude, il est impossible de tirer une conclusion du chiffre de la densité ; car, un lait ayant subi la double opération du mouillage, qui diminue la densité, et de l'écrémage, qui l'augmente, peut présenter une densité normale et être reconnu bon à ce simple essai.

On peut cependant résoudre en partie le problème, si l'on a soin de déterminer la quantité de crème. Par conséquent, la détermination de la densité, d'une part, l'évaluation de la proportion de crème, d'autre part, peuvent permettre de reconnaître un mouillage (c'est-à-dire une addition d'eau) ou un écrémage (c'est-à-dire une soustraction de beurre)

C'est sur ce principe qu'est basée la **méthode crémo-densimétrique** imaginée par **M. Quevesne**.

M. Quevesne utilise un densimètre appelé lacto-densimètre, qui n'est qu'un aréomètre spécial.

La densité de l'eau étant 1,000, la densité du lait pur 1,031, la densité du lait écrémé 1,033, ces chiffres sont indiqués sur la tige du lacto-densimètre ; pour plus de facilité, on n'a inscrit sur la tige que les deux dernières décimales : ainsi, 25° ou 30° indiquent une densité de 1,025 ou de 1,030. La tige de l'instrument porte une échelle de 28 divisions, la première division à la partie supérieure, et la dernière à la partie inférieure, est marquée 42. De chaque côté de cette échelle, se trouvent placées des accolades ; celles de droite, coloriées en jaune, sont destinées aux densités du lait non écrémé ; celles de gauche, coloriées en bleu, aux densités du lait écrémé.

Dans chaque série d'accolades, la première indique si le lait est pur et les suivantes, s'il y a 1/10e, 2/10e, 3/10e, etc..., d'eau ajoutée ; 1/10e d'eau ajoutée fait tomber l'indication de 3° ; la même addition à du lait écrémé fait tomber le degré de 3 1/4. Ces indications sont indiquées sur la tige du lacto-densimètre et se rapportent à la température de + 15°. Si l'opération s'effectue à la température autre que + 15°, on se sert d'une table spéciale construite par M. Quevesne. Il serait bien préférable de ramener chaque fois le lait à la température de + 15°, en se servant d'un bain d'eau que, suivant les saisons, on réchauffera ou l'on refroidira.

En réalité, l'appareil ne fait qu'exprimer les résultats de l'équation que nous avons indiquée précédemment. Il suffit de donner dans cette équation des valeurs arbitraires à d_1, pour avoir toutes les valeurs possibles de x. On peut donc construire une foule d'appareils semblables à celui de M. Quevesne.

Un densimètre quelconque à divisions suffisamment espacées, tel qu'un pèse-urines, peut remplacer avantageusement le lacto-densimètre Quevesne. Mais, il serait bien préférable, de déterminer la variation de densité en se servant de la balance aréothermique de Mohr ; les résultats ainsi obtenus seraient d'une grande précision et d'une exécution rapide et facile ; on évite ainsi l'action de la tension superficielle. Il ne faut pas songer, par contre, à déterminer ces variations de densité par la méthode du flacon ; outre que l'opération est longue et délicate, il serait nécessaire de tenir compte des gaz qui se trouvent dissous et qu'il faudrait enlever par la pompe pneumatique.

La densité une fois déterminée, il faut évaluer la proportion de crème pour savoir si on a affaire à un lait pur ou non ; on se sert alors du crémomètre que nous décrirons dans un instant ; puis, on procède à une troisième opération contrôlant en quelque sorte les deux premières : la détermination de la densité du lait écrémé.

Pour cela, on place du lait dans un vase de forme basse, évasée, forme choisie de préférence pour faciliter la montée de la crème qui se produit ainsi plus rapidement et plus complètement. Après vingt-quatre heures de repos, dans un endroit frais, on enlève avec soin la crème rassemblée à la surface et l'on pèse au lacto-densimètre le lait ainsi écrémé.

Dans toutes ces opérations, il faudra avoir soin de rendre le lait homogène par agitation, il faudra également le placer dans une éprouvette assez large afin que le densimètre y flotte librement. En outre, le lait doit arriver à deux ou trois centimètres du bord supérieur de l'éprouvette ; il faut faire la lecture en haut du ménisque convexe.

Le crémomètre est une éprouvette à pied de 14 centimètres de hauteur et de 38 millimètres de diamètre intérieur ; il est divisé en 100 parties, depuis le trait supérieur qui est le 0 de l'échelle, jusqu'à la base qui est marquée 100. On verse dans cette éprouvette du lait homogène jusqu'à la division 0 ; on laisse reposer dans un endroit frais, la crème monte rapidement

à la surface du liquide, on lit alors le nombre de divisions qu'il occupe ; on reconnaît facilement la couche de crème à sa coloration blanc jaunâtre, qui la distingue du liquide sous-jacent.

Le bon lait ne doit pas donner au-dessous de 10 °/₀ de crème. Il serait facile de remplacer le crémomètre par une éprouvette graduée quelconque.

Le crémomètre ne fournit évidemment que des résultats approximatifs et qui ne sont connus qu'au bout de vingt-quatre heures ; en outre, il ne peut s'appliquer qu'à du lait non bouilli. Connaissant la densité du lait à examiner, celle du lait écrémé dans les conditions que nous avons indiquées, connaissant aussi le degré crémométrique, il est facile d'apprécier le mouillage et l'écrémage.

Ainsi, un lait pèse 30° à + 15° ; au crémomètre, il marque 10° ; écrémé, il pèse 33°5 ; on en conclut qu'il est pur.

Un lait qui pèse 29°5 à + 15°, marque 6 au crémomètre ; écrémé il pèse 31° ; on en conclut, d'après la graduation de l'échelle, correspondante au lait écrémé, que ce lait contient un dixième d'eau.

Un autre appareil, fondé sur le même principe, est le galactomètre centésimal de M. Dinocourt. C'est un aréomètre de forme ordinaire, dont l'échelle est divisée en deux parties : l'une coloriée partiellement en jaune, sert à peser le lait avec sa crème, l'autre coloriée en bleu sert à peser le lait écrémé. Le premier degré en haut de l'échelle est marqué 50, la division est poussée jusqu'à 136 pour le lait écrémé, et jusqu'à 124 pour le lait non écrémé. Chaque degré à partir de 100, en remontant jusqu'à 50, représente un *centième* de lait pur.

Ainsi, 70° indiquent 70 °/₀ de lait pur, par conséquent 30 °/₀ d'eau. Le nombre complémentaire de 100, ajouté au nombre indiqué par le galactomètre, indique donc la quantité d'eau ajoutée au lait examiné ; au delà de 100, les degrés donnent les densités du lait pur. Pour l'échelle du lait écrémé, l'évaluation est identique : chaque dixième de l'échelle du galactomètre correspond à 3/10 de degré densimétrique (il faut se rappeler que la division de l'échelle correspond à la densité 1,014). Les opérations devront être effectuées à + 15°, sinon il faudrait avoir recours à la table de M. Dinocourt. On prendra donc, comme dans la méthode de M. Quevesne, le degré du lait non écrémé,

puis, au moyen du crémomètre, la quantité de crème ; enfin, après avoir écrémé le lait, on prendra la densité avec le galactomètre.

M. Pinchon a appliqué, à l'essai du lait, le principe qui l'avait guidé dans la constitution de ses aréomètres thermiques pour l'examen des huiles.

La densité du lait, prise à chaud, s'écarte de beaucoup de la densité de même liquide prise à froid. C'est là, la remarque primitive de M. Pinchon. Ainsi, un lait normal qui, à + 15°, a pour densité 1,032, n'accuse que 1,016 à 64°5. Si on lui enlève toute sa crème, il faudra le porter à 89° pour lui faire marquer cette dernière densité. Si, au contraire, on ajoute de l'eau, le coefficient de dilatation ne sera plus le même que précédemment et, fait digne d'attention, un lait privé de sa crème et additionné d'eau qui le ramènera à une densité d'apparence normale, contenant par cette manœuvre la même dose de beurre qu'un lait simplement coupé d'eau, aura aussi son individualité propre ; un écrémage complet ne permettra pas de confusion puisque, si à une température de + 64°, la densité du lait complet passe de 1,032 à 1,016 ; à ce degré, le lait écrémé aura pour densité 1,023. Dans ces différentes conditions, il y aura un désaccord complet entre les degrés marqués par le pèse-lait thermique et le thermomètre qu'il renferme à l'intérieur du flotteur, l'écrémage et le mouillage seraient ainsi dévoilés. Il faut évidemment, dans ces opérations, se servir de l'appareil et des tables construits par l'auteur.

Nous n'oublierons pas de mentionner l'hydro-lactomètre construit par MM. Vernois et Becquerel et qui permettrait, d'après leurs auteurs, d'apprécier la quantité d'eau contenue dans un lait. Nous ne nous arrêterons pas plus longtemps sur ces procédés densimétriques, parce qu'on ne saurait songer à attendre d'eux une approximation même éloignée.

Ces méthodes doivent être bannies du laboratoire et réservées seulement à l'étable... ou au fraudeur intelligent. Il est regrettable de constater que certains services publics utilisent ces procédés pour la recherche de la fraude et exposent ainsi, bien souvent, des innocents à la juridiction criminelle, tout en laissant le plus souvent échapper les véritables coupables.

Les méthodes optiques ont également tenté les chercheurs ; on s'est d'abord fondé sur les lois de l'absorption des radiations lumineuses. On a été amené à appliquer ainsi les principes de la diaphanométrie.

Si on interpose entre l'œil et une source de lumière un liquide ayant un pouvoir absorbant pour les radiations incidentes (solutions de matières colorantes, liquides tenant en suspension des corpuscules opaques ou diffusant la lumière) et, si on fait varier l'épaisseur du liquide interposé, on arrive à intercepter complètement à un moment donné l'image de la source : *l'épaisseur de la couche nécessaire pour obtenir ces résultats est d'autant plus petite que le liquide est plus riche en principes colorants ou en matières en suspension, et inversement.*

Il était bien évident que ce principe devait être appliqué au lait pour l'évaluation de sa richesse en beurre, ce dernier étant constitué par des corpuscules opaques et diffusant la lumière.

Sur ces principes, sont basés le lactoscope de M. Donné et de M. Vogel.

Le lactoscope de M. Donné se compose d'une petite cuve dont les deux faces opposées sont des lames de verre à faces parallèles ; l'une des lames est fixe, l'autre est mobile et permet de faire varier l'épaisseur de la cuve. Le lait est introduit entre les deux lames par un entonnoir *ad hoc ;* on se place dans une chambre obscure, à un mètre de distance d'une bougie et, les cuves étant placées devant l'œil, on fait varier l'épaisseur en tournant le bouton moleté jusqu'à ce qu'on cesse d'apercevoir la flamme de la bougie ; le cylindre mobile étant gradué, la lecture de la division de ce cylindre, qui se trouve en regard d'un index fixe, permet, en se rapportant à une table spéciale, de déterminer ainsi la teneur en beurre du lait examiné.

Dans la méthode imaginée par M. Vogel, on cherche combien de centimètres cubes de lait il faut ajouter à 100 c/m. cubes d'eau pour faire un mélange qui, vu sous une épaisseur de cinq millimètres, ne permet plus d'apercevoir la flamme d'une bougie stéarique. Nous reproduisons ci-joint les résultats indiqués par M. Vogel:

Lait	Matière grasse
4,5	5gr.38 °/°
5,0	4 87 »
5,5	4 45 »
6,0	4 09 »
6,5	3 80 »
7,0	3 54 »
7,5	3 32 »
8,0	3 13 »
8,5	2 96 »
9,0	2 80 »

Nous devons bien dire que ces procédés, déjà peu exacts pour les laits purs, à cause de la présence de quantités variables de phosphates et de matières protéiques en suspension ; donnent des résultats complètement erronés si le lait a été adultéré par des substances opacifiantes. En outre, il est très difficile d'apprécier exactement le moment où l'image de la bougie examinée par transparence disparaît complètement. C'est là, un exercice auquel l'œil est peu accoutumé.

Il ne faut, d'ailleurs, pas demander à ces appareils plus qu'ils ne peuvent donner. Leur usage doit être réservé uniquement aux besoins des cliniques ; ils permettent de se faire rapidement une idée sur la valeur d'un lait de nourrice par exemple, qui, lui, ne risque pas d'être fraudé.

Dans ce même groupe des méthodes optiques, il convient de citer la méthode élégante de M. Zeiss, qui, elle, est digne de retenir notre attention.

La détermination de l'indice de réfraction a été appliquée au dosage du beurre dans le lait, d'abord par M. Volny, plus tard par MM. Villiers et Bertauld. M. Zeiss a perfectionné cette méthode en utilisant le réfractomètre bien connu d'Abbe.

La description de l'appareil et sa théorie, se trouvant dans tous les ouvrages de physique, nous nous contenterons d'indiquer seulement la méthode de dosage.

On prend 30 centimètres cubes de lait, bien mélangé, dans un petit tube bouché de 50 centimètres cubes de capacité, exactement jaugé à 30 centimètres cubes, livré avec l'appareil et que l'on remplit jusqu'au trait de jauge à l'aide d'une pipette ; on y ajoute douze gouttes d'acide acétique concentré ; on agite vivement le mélange pendant une ou deux minutes, après avoir amené la température à + 17°5, on ajoute 3 centimètres cubes de lessive alcaline suivante, préparée depuis trois à quatre jours.

Potasse cylindrique.....	80 gr.
Eau pour dissoudre Q. S.	
Glycérine.....	60 gr.
Hydrate d'oxyde de cuivre.....	20 gr.
Eau distillée Q. S. pour.....	300 cc.

On agite pendant dix minutes, puis on ajoute 6 centimètres cubes d'éther, on lave à l'eau à quatre reprises différentes, on agite quinze minutes, puis on place le petit tube sur le plateau

de l'appareil à centrifuger de Gerber, le bouchon tourné vers le centre de l'appareil ; on centrifuge trois minutes ; on place le tube de verre dans un bain d'eau à + 17°5.

D'autre part, on fait passer dans le réfractomètre un courant d'eau légèrement chauffée, de façon que son thermomètre marque 0° au thermomètre Wolny ; on place entre les prismes, préalablement lavés à l'éther, quelques gouttes de la matière grasse du lait, recueillie dans le petit tube centrifuge, au moyen d'un petit tube de verre de quinze centimètres de long et de trois millimètres de diamètre intérieur ; on fait la lecture au micromètre, on ajoute les dixièmes de degré, s'il y a lieu, et l'on se reporte à la table pour avoir le poids de beurre pour 100 grammes de lait.

Le procédé Zeiss, que nous n'avons pas expérimenté, donne, d'après les publications que nous avons entre les mains, des résultats d'une parfaite exactitude, et d'une grande rapidité. D'ailleurs, ces conclusions ne nous surprennent pas ; le réfractomètre d'Abbe est, en effet, d'une construction parfaite, d'un maniement simple et d'une très grande exactitude.

C'est donc un procédé à retenir, et il convient de souhaiter que cette méthode prenne pied dans les laboratoires ; malheureusement, l'appareil est d'un prix assez élevé et, c'est là, un obstacle à sa plus grande diffusion.

Pour terminer l'étude de ces groupes, il nous resterait à parler de la méthode cryoscopique, mais, cette méthode vise la recherche du mouillage et n'est pas, non plus, d'un emploi courant dans les laboratoires et les résultats que l'on peut en attendre ne sont pas établis d'une façon définitive.

L'on pourrait également se servir du microscope, lequel permet généralement de voir si un lait est écrémé ou non ; les globules butyreux sont, en effet serrés, les uns contre les autres dans le lait entier ; plus ou moins séparés, au contraire, dans un lait écrémé. C'est là, une méthode semblable à celle que l'on utilise, en clinique, pour la numération des globules rouges ou blancs du sang. Il ne faut pas en attendre une bien grande précision. Utilisable dans une salle de clinique, elle ne saurait être admise dans un laboratoire.

CONCLUSIONS

De l'examen rapide que nous venons de faire des différentes méthodes proposées pour le dosage du beurre dans le lait, nous pouvons conclure que, parmi ces méthodes, il convient d'en écarter un certain nombre, pour n'en conserver que quelques-unes.

Si les méthodes de Marchand et de Quevesne, de Pinchon, de Donné et de Vogel donnent des résultats très rapides, il n'en est pas moins vrai qu'elles ne sauraient être prises en sérieuse considération, et, ne doivent être réservées qu'à des essais, tels que ceux que l'on pratique journellement à l'étable, lorsque toute idée de fraude est écartée, et, que l'on ne cherche qu'à apprécier la qualité d'un lait.

Les procédés d'Adam d'Esbach, de Soxhlet, de Gerber sont longs et pénibles et d'une exactitude insuffisante pour des dosages rigoureux.

La préférence doit être accordée, pour des analyses précises, aux méthodes de Baumhauer et de Zeiss.

En résumé, les méthodes fondées sur l'extraction directe du beurre par un dissolvant approprié, doivent être rejetées, et, l'on ne doit considérer comme donnant le maximum de garan-

ties, que les procédés qui emploient l'extrait du lait pour en retirer la matière grasse ; mais il est nécessaire, ici, d'observer scrupuleusement les principes sur lesquels nous avons longuement insisté.

Vu :
Le Président,
Th. MALOSSE.

Vu :
Le Doyen de la Faculté mixte de Médecine et de Pharmacie d'Alger,
J. CURTILLET.

Vu et permis d'imprimer :
Alger, le 1er Juillet 1915.
Le Recteur de l'Académie,
E. ARDAILLON.

BIBLIOGRAPHIE

Villiers et Colin	*Falsifications et Altérations des Substances Alimentaires.*
Wurtz	*Dictionnaire.*
Denigès	*Précis de Chimie Analytique.*
Pellerin	*Guide Pratique de l'Expert-Chimiste en Denrées Alimentaires.*
Haller et Girard	*Memento des Chimistes.*
Esbach	*Analyse du Lait. Dosage du Beurre.*
Gautier	*Falsifications, Aliments et Médicaments.*
Quesneville	*Moniteur Scientifique.*
Adam	*Thèse de Médecine,* 1879.
Zeiss	*Réfractométrie.*
Chevallier et Baudrimont.	*Dictionnaire des Falsifications et Altérations.*
Mohrer, Chesnay et Roux.	*Fraudes et Falsifications.*
Girard	*Falsifications des Matières Alimentaires.*

Journaux et Revues consultés (auteurs non mentionnés)

Journal de Pharmacie et de Chimie, 1895, 1897, 1902, 1904, 1909.
Dictionnaire des Sciences.
Nouveau Dictionnaire des Falsifications.
Journal de Pharmacie d'Anvers, 1911.
Annales de Falsifications, 1910.
Annales de Chimie Analytique, 1910.
Journal de Pharmacie de Bordeaux, 1912.
Annales de Physique et de Chimie.
Bulletin Société de Chimie de Paris.
Comptes rendus de l'Académie des Sciences.
Jahrsbericht für Chemie.
Journal für Praktische Chemie.
Revue Scientifique Rose.

TABLE DES MATIÈRES

Pages

Avant-Propos ... 7

Introduction ... 9

Considérations générales sur le Beurre ... 11

Des différents Procédés de dosage du Beurre ... 19

Étude des Procédés du Premier Groupe ... 21

Premier Sous-Groupe ... 22

Procédé Marchand ... 22
— Adam ... 28
— Esbach ... 34

Deuxième Sous-Groupe ... 37

Procédé Denigès ... 39
— Baumhauer ... 40
— Grandeau ... 42
— Wilk ... 43
— Bruner ... 43
— Hardlen ... 43

Troisième Sous-Groupe ... 44

Procédé Lecomte ... 44
— des lanières ... 46

Quatrième Sous-Groupe ... 46

Procédé Villiers et Colin ... 47
Méthode officielle ... 49

Deuxième Groupe ... 55

Pracédé Soxhlet ... 55
— Fouard ... 60
— Quesneville ... 61
— Schmidt-Boudzinski ... 62
— Gerber ... 63

Pages

TROISIÈME GROUPE 67
Procédé densimétrique 67
Méthode crémo-densimétrique de Quevesne 68
Procédé Dinocourt 70
Hydro-lactomètre de Vernois et Becquerel 71
Lactoscope de Donné 72
— de Vogel 72
Méthode réfractométrique de Zeiss 73
Méthode cryoscopique 74

Conclusions 75

IMP. MODERNE, 2, boulevard Laferrière. — ALGER